



SKRIPSI – TK 141581

**PEMISAHAN DAN PEMURNIAN TRIGLISERIDA
DARI MINYAK NYAMPLUNG (CALOPHYLLUM
INOPHYLLUM) SEBAGAI ALTERNATIF
EDIBLE OIL DENGAN PROSES CONTINUOUS
COUNTERCURRENT EXTRACTION**

Oleh:

**Shelma Hajar Anugrah Putri
NRP. 02211440000010**

**Arief Prayogo
NRP. 02211440000074**

**Dosen Pembimbing
Setiyo Gunawan, S.T., Ph.D
NIP. 19760323 200212 1 001**

**DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2018**



FINAL PROJECT – TK 141581

**SEPARATION AND PURIFICATION OF
TRIGLYCERIDE FROM NYAMPLUNG
(CALOPHYLLUM INOPHYLLUM) OIL AS AN
ALTERNATIVE EDIBLE OIL WITH
CONTINUOUS COUNTERCURRENT
EXTRACTION PROCESS**

By:

**Shelma Hajar Anugrah Putri
NRP. 02211440000010**

Arief Prayogo

NRP. 02211440000074

Advisor

**Setiyo Gunawan, S.T., Ph.D
NIP. 19760323 200212 1 001**

**DEPARTMENT OF CHEMICAL ENGINEERING
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2018**

LEMBAR PENGESAHAN

**Pemisahan dan Pemurnian Trigliserida dari Minyak
Nyamplung (*Calophyllum inophyllum*) sebagai Alternatif
Edible Oil dengan Proses *Continuous Countercurrent
Extraction***

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Sarjana Teknik pada Program Studi S-1 Departemen Teknik
Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh:

Shelma Hajar Anugrah Putri


02211440000010

Arief Prayogo

02211440000074

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir:


1. Setiyo Gunawan, S.T., Ph.D

 (Pembimbing)


2. Prof. Dr. Ir. Arief Widjaja, M.Eng

 (Penguji I)

3. Hakun W. A., S.T, MT, Ph.D

 (Penguji II)

4. Donny Satria Bhuana, S.T., MSc., Adv

 (Penguji III)



**Surabaya
Juli, 2018**

Halaman ini sengaja dikosongkan

**Pemisahan dan Pemurnian Trigliserida dari Minyak
Nyamplung (*Calophyllum inophyllum*) sebagai Alternatif
Edible Oil dengan Proses *Continuous Countercurrent
Extraction***

**Nama Mahasiswa : 1. Shelma Hajar A. P. (02211440000010)
2. Arief Prayogo (02211440000074)**
Dosen Pembimbing : Setiyo Gunawan, S.T., Ph.D
Departemen : Teknik Kimia, FTI-ITS

ABSTRAK

Tanaman nyamplung (*Calophyllum inophyllum*) merupakan jenis tanaman bakau yang serbaguna dan memiliki banyak khasiat. Bijinya mengandung minyak sekitar 75% berat. Penelitian terdahulu menyatakan bahwa minyak nyamplung tidak dapat dikonsumsi oleh manusia karena kandungan trigliserida yang belum murni. Berdasarkan penelitian terkini mengenai fragmentasi asam lemak bebas pada trigliserida, dinyatakan bahwa minyak biji nyamplung dapat dimanfaatkan sebagai *edible oil* (minyak yang dapat dikonsumsi). Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh laju aliran feed dan ratio pelarut dan Minyak Nyamplung terhadap kandungan trigliserida (TAG) dan asam lemak bebas (FFA) pada *Non Polar Lipid Fraction* (NPLF) minyak nyamplung, serta mengetahui komposisi TAG dan FFA pada NPLF minyak nyamplung di tiap-tiap titik sampel pada alat *continuous countercurrent extraction*. Dengan ini diharapkan agar trigliserida menjadi lebih murni dan memenuhi standar *edible oil*. Variabel yang digunakan yaitu laju alir (N-Hexane+minyak):methanol dan rasio massa total pelarut : minyak. Laju alir (N-Hexane+minyak):methanol yang digunakan adalah

6:12,5;6:15 dan 6:20 liter per jam (LPH) . Serta, rasio massa total pelarut : minyak sebesar 4:1 ;5:1;6:1 dan 7:1. Minyak nyamplung yang digunakan mengandung TAG 63,91%, FFA 15,76%, MAG 12,25%, dan DAG 4,66%. Proses pemurnian dilakukan menggunakan *packed column* dengan prinsip *countercurrent flow* dengan pelarut *n-hexane* teknis dan *methanol* teknis. Aliran ekstrak akan keluar melalui dasar kolom dan aliran raffinate keluar melalui atas kolom. Ekstrak kemudian dikumpulkan dan diuapkan untuk mendapatkan PLF, sedangkan raffinate juga dilakukan hal yang sama untuk mendapat NPLF. Sampel dari tiap titik sampel dipisahkan fraksi polar dan non-polar, lalu masing-masing fraksi diuapkan untuk mendapatkan NPLF dan PLF tiap titik sampel. Hasil penguapan dianalisa kandungannya menggunakan analisa kualitatif yaitu *Thin Layer Chromatography* (TLC) dan kuantitatif menggunakan *Gas Chromatography* (GC). Dari penelitian didapatkan hasil percobaan dengan laju alir (*N-hexane*+minyak):metanol= 6:15 LPH dan rasio massa total pelarut:minyak=6:1 dengan diperoleh 92,85% konten TAG, 2,19 % konten FFA dan 74,79% *yield* minyak.

Kata Kunci: Asam Lemak Bebas, *Countercurrent Extraction*, *Edible Oil*, *Non Polar Lipid Fraction*, Nyamplung, Triglicerida.

**Separation and Purification of Triglyceride from Nyamplung
(*Calophyllum Inophyllum*) Oil as An Alternative Edible Oil
with Continuous Countercurrent Extraction Process**

**Name : 1. Shelma Hajar A. P. (02211440000010)
2. Arief Prayogo (02211440000074)**

Academic Advisors : Setiyo Gunawan, S.T., Ph.D

Department : Teknik Kimia, FTI-ITS

ABSTRACT

Calophyllum inophyllum or commonly called Nyamplung in Indonesia, is one kind of versatile plant and has many benefits. The seed contains 75% weight of oil. Nyamplung oil is known as an oil that can not be consumed because the content is not pure triglycerides. Based on recent research about fatty acid fragmentation of triacylglycerol, it is stated that *C. inophyllum* oil is suitable for edible oil purpose. The purpose of this study is to determine the effect of feed's flowrates and solvent to oil ratio on the content of triglycerides (TAG) and Free Fatty Acid (FFA) in Non-Polar Lipid Fraction (NPLF) of nyamplung oil with continuous countercurrent extraction and to determine the TAG composition in NPLF of nyamplung oil at every sampling spot in continuous countercurrent extraction equipment. It is expected that TAG becomes more pure and suitable for edible oil purpose. Variables for this experiment were flowrate of (N-hexane+oil):methanol and solvent to oil mass ratio. The flowrates of (N-hexane+oil):methanol used were 6:12,5;6:15 and 6:20 Liter per hour (LPH) and the solvents to oil mass ratio used were 4:1 ;5:1;6:1 and 7:1 . The crude oil of nyamplung contained 63,91% TAG, 15,76% FFA, 12,25% MAG, dan 4,66% DAG. Purification of TAG was carried out using a packed column with the principle of countercurrent flow using n-hexane and methanol technical grade as solvents. The extract flows from bottom column and the

raffinate flows from top column. Then, the extract fraction was collected and distilled to get PLF, then the same method was done for raffinate to get NPLF. The polar and non-polar fraction were separated from every sample from sampling spot, then they were distilled to get the PLF and NPLF every sample. The products of distillation were analyzed qualitatively by TLC and quantitatively by GC. The best result was obtained when flowrates (N-hexane+oil):methanol were set at 6:15 LPH and solvent to oil mass ratio at 6:1 with 92.85% content of TAG, 2.19% content of FFA and 74.79% yield of oil.

Keywords: Countercurrent Extraction, Edible Oil, Free Fatty Acid, Non-Polar Lipid Fraction, Nyamplung, Triglyceride.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kami panjatkan ke hadirat Allah SWT karena hanya dengan rahmat dan berkah-Nya sehingga kami dapat menulis dan telah menyelesaikan Laporan Skripsi yang berjudul **“Pemisahan dan Pemurnian Trigliserida dari Minyak Nyamplung (*Calophyllum inophyllum*) sebagai Alternatif Edible Oil dengan Proses Continuous Countercurrent Extraction”**. Laporan Skripsi ini merupakan salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Teknik Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Dalam penyusunan laporan ini, penulis banyak mendapat bantuan baik secara langsung maupun tidak langsung dari beberapa pihak. Oleh karena itu, penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Juwari, ST, M.Eng., Ph.D. selaku Kepala Departemen S1 Teknik Kimia FTI – ITS.
2. Bapak Setiyo Gunawan, S.T., Ph.D selaku Dosen Pembimbing yang selalu meluangkan waktu untuk memberikan saran, bimbingan dan dukungan kepada kami.
3. Bapak dan Ibu Dosen pengajar dan seluruh karyawan Departemen Teknik Kimia FTI-ITS.
4. Orang tua dan seluruh keluarga yang telah memberikan dukungan, doa, dan kasih sayang kepada kami.
5. Teman-teman Biokim Crew yang telah memberikan inspirasi, semangat dan keceriaannya.
6. Mbak Safrina, Istiqomah dan Arum yang selalu bersama dan berjuang di setiap bimbingan setahun ini.
7. Teman-teman Spektronics yang banyak membantu kami saat proses running skripsi ini.
8. Mbak Lita dan Mas Abdul yang banyak memberikan informasi mengenai alat dalam skripsi ini.
9. Teman-teman K-54 atas semua dukungan dan kerjasamanya.

Akhir kata, penulis menyadari bahwa dalam penulisan laporan skripsi ini masih banyak terdapat kekurangan, sehingga saran dan kritik yang membangun dari pembaca sangat diperlukan agar dapat diperbaiki menjadi lebih baik di kemudian hari.

Surabaya, 22 Juli 2018

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	
LEMBAR PENGESAHAN	
ABSTRAK	i
ABSTRACT	iii
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	xv
BAB I PENDAHULUAN	
I.1. Latar Belakang	I-1
I.2. Rumusan Masalah.....	I-3
I.3. Batasan Penelitian	I-3
I.4. Tujuan Penelitian	I-4
I.5. Manfaat Penelitian	I-4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
II.1. Teori Penunjang	II-1
II.1.1. Kondisi Tanaman Nyamplung <i>Calophyllum innophyllum</i> di Indonesia	II-1
II.1.2 Persebaran <i>Calophyllum</i> <i>innophyllum</i> (Nyamplung) di Indonesia	II-1
II.1.3 Karakteristik Tanaman Nyamplung (<i>Calophyllum innophyllum</i>)	II-3
II.1.4. Properti dan Kandungan Minyak Nyamplung.....	II-6
II.1.5. Manfaat dan Kandungan dalam Tanaman Nyamplung (<i>Calophyllum innophyllum</i>)	II-8
II.2. Trigliserida	II-9
II.3. Ekstraksi	II-10
II.4. <i>Liquid-Liquid Extraction</i>	II-13
II.4.1. Macam peralatan <i>Continuous Countercurrent</i> <i>Extraction</i>	II-14
II.5. Identifikasi dan Analisa Minyak Nyamplung	II-21
II.5.1. <i>Thin Layer Chromatography</i> (TLC)	II-21
II.5.2. <i>Gas Chromatography</i> (GC).....	II-25

II.6. Studi Hasil Penelitian Sebelumnya	II-26
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
III.1. Proses Pemurnian Trigliserida dan Variabel	III-1
III.2. Variabel Percobaan	III-1
III.3. Identifikasi Produk	III-1
III.4 Bahan, Alat dan Skema Alat Penelitian	III-2
III.4.1. Bahan Penelitian	III-2
III.4.2. Alat Penelitian.....	III-2
III.4.3. Skema Alat Penelitian.....	III-3
III.5 Diagram Alir Penelitian	III-4
III.6 Prosedur Penelitian.....	III-5
III.6.1.Ekstraksi Minyak Nyamplung dengan <i>Continuous Countercurrent</i> <i>Extraction</i>	III-5
III.6.2. Analisa Kualitatif Menggunakan <i>Thin Layer Chromatography (TLC)</i>	III-7
III.6.3. Analisa Kuantitatif Menggunakan <i>Gas Chromatography</i>	III-8
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	
IV.1. Uji Kelarutan dan Penetapan Variabel.....	IV-2
IV.2. Konstruksi Alat	IV-5
IV.3. <i>Continuous Countercurrent Extraction</i>	IV-7
IV.4. Analisa Kualitatif Hasil Ekstraksi	IV-19
IV.5. Analisa Kuantitatif Hasil Ekstraksi	IV-23
IV.6. Analisa Pengaruh Variabel terhadap Hasil Penelitian	IV-33
IV.7. Analisa Statistik Hasil Penelitian	IV-47
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
V.1. Kesimpulan	V-1
V.2. Saran.....	V-2
DAFTAR PUSTAKA	xxi
DAFTAR NOTASI	xxvi
APPENDIKS	A-1
LAMPIRAN	

DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1	Persebaran <i>Calophyllum inophyllum</i> di Indonesia	II-2
Gambar II.2	Pohon, Kayu, Bunga, Buah, dan Biji Tanaman Nyamplung	II-4
Gambar II.3	Struktur Trigliserida	II-9
Gambar II.4	Skema Ekstraksi <i>Continuous Countercurrent</i> ..	II-14
Gambar II.5	<i>Spray Tower</i>	II-16
Gambar II.6	<i>Packed Tower</i>	II-17
Gambar II.7	<i>Disk-and-doughnut baffle tower</i> (a) after Thompson (b) after Ittner	II-18
Gambar II.8	<i>Baffle tower</i> (a) <i>side-to-side</i> (b) <i>center-to-side</i>	II-20
Gambar II.9	Penggambaran Skema TLC dengan Campuran Dua Komponen	II-23
Gambar II.10	Penentuan <i>Retardation Factor</i>	II-24
Gambar II.11	Sistem <i>Gas Chromatography</i>	II-26
Gambar III.1	Skema Alat <i>Continuous Countercurrent</i> <i>Extraction</i>	III-3
Gambar III.2	Seperangkat Alat Ekstraksi <i>Packed Column</i>	IV-4
Gambar III.3	Skema Tahapan Ekstraksi Minyak Nyamplung	III-5
Gambar III.4	Skema Aliran <i>Packed Tower</i>	III-7
Gambar IV.1	<i>Raschig Glass Packing</i>	IV-4

- Gambar IV.2 Pembentukan Layer pada *Upper Zone* untuk Variable *Flowrate*
n-Hexane+Oil : Methanol = 6:12,5 liter/jam dan Rasio Massa
 Total Pelarut : Minyak = (a) 4:1, (b) 5:1, (c) 6:1, (d) 7:1.....IV-9
- Gambar IV.3 Pembentukan Layer pada *Upper Zone* untuk Variable *Flowrate*
n-Hexane+Oil : Methanol = 6:15 liter/jam dan Rasio Massa
 Total Pelarut : Minyak = (a) 4:1, (b) 5:1, (c) 6:1, (d) 7:1.....IV-11
- Gambar IV.4 Pembentukan Layer pada *Upper Zone* untuk Variable *Flowrate*
n-Hexane+Oil : Methanol = 6:20 liter/jam dan Rasio Massa
 Total Pelarut : Minyak = (a) 4:1, (b) 5:1, (c) 6:1, (d) 7:1.....IV-13
- Gambar IV.5 Pembentukan Layer pada *Upper Zone* untuk Variable *Flowrate*
n-Hexane+Oil : Methanol = 6:15 liter/jam dan Rasio Massa
 Total Pelarut : Minyak = (a) 4:1, (b) 5:1, (c) 6:1, (d) 6:1.....IV-15
- Gambar IV.6 Hasil Pengambilan Titik Sampel untuk Variable *Flowrate*
n-Hexane+Oil : Methanol = 6:15 liter/jam dan Rasio Massa
 Total Pelarut : Minyak = 7:1IV-17

- Gambar IV.7 Hasil Pengambilan Titik Sampel untuk Variable *Flowrate*
n-Hexane+Oil : Methanol = 6:20 liter/jam dan Rasio Massa
 Total Pelarut : Minyak = 7:1IV-18
- Gambar IV.8 Hasil TLC (a) standar, (b) crude minyak nyamplung, (c) NPLF dan (d) PLF laju alir (*N-hexane*+minyak) : *methanol* = 6:12,5 LPH
 dengan rasio massa total pelarut:minyak= 4:1.....IV-20
- Gambar IV.9 Hasil TLC laju alir (*N-hexane*+minyak) : *methanol*=6:12,5 LPH
 (1) Varibel rasio massa total pelarut:minyak= 5:1 ,
 (2) Varibel rasio massa total pelarut:minyak= 6:1;
 (3) Varibel rasio massa total pelarut:minyak= 7:1;
 (a) NPLF dan (b) PLFIV-21
- Gambar IV.10 Hasil TLC laju alir (*N-hexane*+minyak) : *methanol*= 6:15 LPH
 (1) Varibel rasio massa total pelarut:minyak= 4:1;
 (2)Varibel rasio massa total pelarut:minyak= 5:1 ,
 (3) Varibel rasio massa total pelarut:minyak=6:1;
 (4) Varibel rasio massa total pelarut:minyak =7:1; (a) NPLF dan (b) PLF.....IV-21
- Gambar IV.11 Hasil TLC laju alir (*N-hexane*+minyak) : *methanol*= 6:20 LPH (1) Varibel rasio massa total pelarut:minyak= 4:1 (2) Varibel rasio massa total pelarut:minyak= 5:1 ,(3) Varibel rasio massa total pelarut:minyak= 6:1; ,(4) Varibel rasio massa total pelarut:minyak= 7:1 (a) NPLF dan (b) PLF.....IV-21

Gambar IV.12 Respon Analisa GC terhadap Sampel Hasil Penelitian.....	IV-23
Gambar IV.13 . Visualisasi Hasil Ekstraksi dari Tiap-Tiap Titik Sampel pada <i>Packed Column</i> ; (a) Variabel <i>Flowrate (n-Hexane+Oil) : Methanol = 6:15</i> liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 6:1, (b) Variabel <i>Flowrate (n-Hexane+Oil) : Methanol = 6:15</i> liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 7:1, (c) Variabel <i>Flowrate (n-Hexane+Oil) : Methanol = 6:20</i> liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 7:1.....	IV-31
Gambar IV.14 Pengaruh Variabel Rasio Massa Total Pelarut : Minyak Nyamplung terhadap Persentase TAG Pada <i>Raffinate</i>	IV-34
Gambar IV.15 Pengaruh Variabel <i>Flowrate (n-Hexane + Oil) : Methanol</i> terhadap Persentase TAG pada <i>Raffinate</i>	IV-35
Gambar IV.16 Pengaruh Variabel Rasio Massa Total Pelarut : Minyak Nyamplung terhadap Persentase FFA pada <i>Raffinate</i>	IV-36
Gambar IV.17 Pengaruh Variabel <i>Flowrate (n-Hexane + Oil) : Methanol</i> terhadap Persentase FFA pada <i>Raffinate</i>	IV-37
Gambar IV.18 Pengaruh Variabel Rasio Massa Total Pelarut : Minyak Nyamplung terhadap Persentase Yield NPLF pada <i>Raffinate</i>	IV-38
Gambar IV.19 Pengaruh Variabel <i>Flowrate (n-Hexane + Oil) : Methanol</i> terhadap Persentase Yield NPLF pada <i>Raffinate</i>	IV-39
Gambar IV.20 Persentase TAG pada Seluruh Titik Sampel <i>Packed Column</i>	IV-40
Gambar IV.21 Persentase FFA pada Seluruh Titik Sampel <i>Packed Column</i>	IV-41

Gambar IV.22 Persentase TAG pada Beberapa Ketinggian <i>Packed Column</i> untuk Variabel <i>Flowrate (n-Hexane+Oil)</i> : <i>Methanol</i> = 6:15 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 6:1.....	IV-43
Gambar IV.23 Persentase TAG pada Beberapa Ketinggian <i>Packed Column</i> untuk Variabel <i>Flowrate (n-Hexane+Oil)</i> : <i>Methanol</i> = 6:15 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 7:1.....	IV-44
Gambar IV.24 Persentase TAG pada Beberapa Ketinggian <i>Packed Column</i> untuk Variabel <i>Flowrate (n-Hexane+Oil)</i> : <i>Methanol</i> = 6:20 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 7:1.....	IV-45
Gambar IV.25 Grafik Uji Normalitas Respon % Konten Terhadap Variabel (A) % Konten TAG; (B) %Konten FFA.....	IV-49
Gambar IV.26 Grafik Uji Normalitas Respon % Yield Minyak Terhadap Variabel.....	IV-50
Gambar IV.27 26 Grafik Pareto of standaridzed effects pada (a) %konten TAG dan (b) %konten FFA (c) %yield.....	IV-57
Gambar IV.28 <i>Optimization Plot</i>	IV-58

Halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR TABEL

Tabel II.1 Karakteristik Tanaman <i>Calophyllum</i> <i>inophyllum</i>	II-5
Tabel II.2 Properti Minyak Nyamplung	II-6
Tabel II.3 Kandungan NPLF dalam Minyak Nyamplung.....	II-7
Tabel II.4 Manfaat Tiap Bagian Tanaman Nyamplung.....	II-8
Tabel II.5 Polaritas Pelarut.....	II-12
Tabel II.6 Jenis <i>adsorbent</i>	II-22
Tabel IV.1 Persentase Kemurnian Pada Tiap Komponen Minyak Nyamplung.....	IV-2
Tabel IV.2 Kelarutan <i>n-Hexane</i> dalam <i>Methanol</i> Pada Suhu 29°C.....	IV-3
Tabel IV.3 <i>Retention Time</i> Proses <i>Continuous Countercurrent</i> <i>Extraction</i>	IV-14
Tabel IV.4 Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada <i>Raffinate</i> untuk Variabel <i>Flowrate (n-Hexane+Oil)</i> : <i>Methanol</i> = 6:12,5 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut :Minyak = 4:1.....	IV-24
Tabel IV.5 Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada <i>Raffinate</i> untuk Variabel <i>Flowrate (n-Hexane+Oil)</i> : <i>Methanol</i> = 6:12,5 liter/jam dan Rasio Massa Total	

Pelarut :Minyak

=5:1..... IV-25

Tabel IV.6 Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada

Raffinate untuk Variabel *Flowrate (n-Hexane+Oil)* :

Methanol = 6:12,5 liter/jam dan Rasio Massa Total

Pelarut :Minyak

=6:1..... IV-25

Tabel IV.7 Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada

Raffinate untuk Variabel *Flowrate (n-Hexane+Oil)* :

Methanol = 6:12,5 liter/jam dan Rasio Massa Total

Pelarut :Minyak =

7:1..... IV-26

Tabel IV.8 Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada

Raffinate untuk Variabel *Flowrate (n-Hexane+Oil)* :

Methanol = 6:15 liter/jam dan Rasio Massa Total

Pelarut : Minyak =

4:1..... IV-26

Tabel IV.9 Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada

Raffinate untuk Variabel *Flowrate (n-Hexane+Oil)* :

Methanol = 6:15 liter/jam dan Rasio Massa Total

Pelarut : Minyak =

5:1..... IV-27

Tabel IV.10 Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada

Raffinate untuk Variabel *Flowrate (n-Hexane+Oil)* :

Methanol = 6:15 liter/jam dan Rasio Massa Total
 Pelarut : Minyak
 =6:1..... IV-27

Tabel IV.11 Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada
Raffinate untuk Variabel *Flowrate*
 (*nHexane+Oil*) : *Methanol* = 6:15 liter/jam dan
 Rasio
 Massa Total Pelarut : Minyak =
 7:1..... IV-28

Tabel IV.12 Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada
Raffinate untuk Variabel *Flowrate* (*n-*
Hexane+Oil) : *Methanol* = 6:20 liter/jam dan
 Rasio Massa Total Pelarut : Minyak =
 4:1..... IV-28

Tabel IV.13 Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada
Raffinate untuk Variabel *Flowrate* (*n-*
Hexane+Oil) : *Methanol* = 6:20 liter/jam dan
 Rasio Massa Total Pelarut : Minyak =
 5:1..... IV-29

Tabel IV.14 Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada
Raffinate untuk Variabel *Flowrate* (*n-*
Hexane+Oil) : *Methanol* = 6:20 liter/jam dan

Rasio Massa Total Pelarut : Minyak =
 6:1..... IV-30

Tabel IV.15 Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada
Raffinate untuk Variabel *Flowrate* (*n-Hexane+Oil*) : *Methanol* = 6:20 liter/jam dan
 Rasio Massa Total Pelarut : Minyak =
 7:1..... IV-30

Tabel IV.16 Persentase Kandungan pada Titik Sampel
 untuk Variabel *Flowrate* (*n-Hexane+Oil*) :
Methanol = 6:15 liter/jam dan Rasio Massa Total
 Pelarut : Minyak =
 6:1..... IV-32

Tabel IV.17 Persentase Kandungan pada Titik Sampel
 untuk Variabel *Flowrate* (*n-Hexane+Oil*) :
Methanol = 6:15 liter/jam dan Rasio Massa Total
 Pelarut : Minyak =
 7:1..... IV-32

Tabel IV.18 Persentase Kandungan pada Titik Sampel
 untuk Variabel *Flowrate* (*n-Hexane+Oil*) :
Methanol = 6:20 liter/jam dan Rasio Massa Total
 Pelarut : Minyak =
 7:1..... IV-33

Tabel IV.19	Perbandingan Proses Pemisahan dan Pemurnian TAG.....	IV-46
Tabel IV.20	Hasil Running Permodelan di Software Minitab.....	IV-52
Tabel IV.21	ANOVA pengaruh variabel terhadap % konten TAG.....	IV-54
Tabel IV.22	ANOVA pengaruh variabel terhadap % konten FFA.....	IV-54
Tabel IV.23	ANOVA pengaruh variabel terhadap % yield minyak.....	IV-55

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB I

PENDAHULUAN

I.1. Latar Belakang

Indonesia memiliki ekosistem hutan bakau terluas di dunia serta memiliki keanekaragaman hayati yang paling tinggi. Pada tahun 2015, dengan panjang garis pantai sebesar 95,181 km², Indonesia mempunyai luas hutan bakau sebesar 3.489.140,68 Ha. Jumlah ini setara dengan 23% ekosistem hutan bakau dunia yaitu dari total luas 16.530.000 Ha. Dari luas hutan bakau di Indonesia, diketahui seluas 1.671.140,75 Ha dalam kondisi baik, sedangkan areal sisanya seluas 1.817.999,93 Ha sisanya dalam kondisi rusak. Dengan kondisi hutan bakau yang baik, vegetasi ini mampu menyumbang setidaknya sebesar USD 1.5 milyar dari perikanan saja untuk perekonomian nasional. Kondisi di atas menjadi alasan untuk memperkuat upaya pelestarian ekosistem hutan bakau di Indonesia (Hadi, 2017).

Tanaman nyamplung (*Calophyllum inophyllum* L.) merupakan jenis tanaman bakau yang mempunyai nilai tinggi karena batang, daun, bunga, biji, serta getah dari tanaman ini dapat menghasilkan berbagai macam produk. Adapun total luas lahan tanaman nyamplung di Indonesia mencapai 480.700 Ha (Hasibuan dan Sayekti, 2017). Namun, masih sedikit informasi yang diketahui masyarakat Indonesia terkait hal tersebut. Tanaman nyamplung dikenal sebagai tanaman yang menghasilkan minyak yang berpotensi untuk digunakan sebagai biodiesel. Lebih luas, selain biji tanaman nyamplung yang dapat digunakan sebagai sumber minyak, daun tanaman ini juga berfungsi untuk mengobati berbagai macam penyakit seperti iritasi pada mata, migrain, dan vertigo. Selain itu, kayu pohon ini dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan papan tempat tinggal, bahan konstruksi kapal, dan perabotan lainnya. Akar tanaman ini juga berfungsi untuk menjaga daerah pantai dari abrasi (Ling dkk, 2009).

Tanaman nyamplung dapat tumbuh pada wilayah berpasir yang marginal, tetapi akan lebih baik apabila pantai berpasir mengandung tanah mineral (pasir berliat), berdrainase baik (pH 4 – 7,4), ketinggian tempat 0 – 200 mdpl, tipe curah hujan A dan B dengan curah hujan 1000 – 4100 mm/tahun, bulan basah (>200mm) 3-10 bulan dan bulan kering (<100 mm) 0-6 bulan dengan suhu rata-rata 18 – 33 °C (Wijaya dkk, 2009).

Proses produksi didapat melalui proses penghancuran biji nyamplung dan menghasilkan minyak berwarna kehijauan dengan bau aromatik dan berasa hambar. Minyak nyamplung ini akan berubah warna menjadi kuning jika mengalami saponifikasi. Minyak nyamplung yang diekstrak dari biji mengandung resin beracun. Resin beracun tersebut adalah *phythalic acid ester*. *Phthalic acid ester* merupakan kontaminan utama pada lingkungan dan rantai makanan di negara-negara industri maju. *Phthalic acid ester* juga memiliki efek merugikan pada tubuh manusia seperti *embryotoxicity*, *spermatotoxicity*, *carcinogecity* (Anggraini dkk, 2014). Akan tetapi, berdasarkan penelitian lanjutan dari Aparamarta dkk. (2017) mengenai fragmentasi *free fatty acid* pada trigliserida, menyatakan bahwa trigliserida dari minyak biji nyamplung dapat dimanfaatkan sebagai *edible oil* (minyak yang dapat dikonsumsi). Oleh karena itu, reboisasi dan perluasan lahan tanaman nyamplung perlu dilakukan, ditinjau dari kemanfaatannya menjaga kelestarian lingkungan dan potensi nilai ekonomi dengan pengolahannya menjadi *edible oil*.

Minyak nyamplung dengan kadar trigliserida 98,53% dan asam lemak bebas 0,35% saat ini dapat didapatkan dari ekstraksi cair-cair dengan *batchwise solvent extraction* dari minyak nyamplung mentah yang telah dilakukan oleh Aparamarta dkk. (2016), namun untuk menjadi minyak yang dapat dikonsumsi diperlukan tahap lanjutan untuk mengurangi kadar asam lemak bebas yang syaratnya adalah maksimal 0,3%. Untuk keberlanjutan diperolehnya minyak nyamplung, maka diperlukan proses yang

kontinyu untuk menggantikan metode *batchwise*, terdapat berbagai jenis proses seperti *continuous countercurrent extraction* baik dengan agitasi maupun tidak dan ada pula ekstraksi dengan *centrifuge*. Pada penelitian ini, diharapkan kandungan trigliserida yang diperoleh dapat lebih murni yaitu lebih dari 98%, dengan kandungan asam lemak bebas maksimal 0,3% untuk memenuhi standar konsumsi, menggunakan metode *continuous countercurrent extraction* (SNI, 2002).

I.2. Rumusan Masalah

Dari latar belakang yang telah dijabarkan sebelumnya, maka dapat dirumuskan beberapa masalah yang akan dibahas dalam penelitian ini, yaitu:

1. Bagaimana pengaruh laju alir feed terhadap kandungan trigliserida (TAG) dan asam lemak bebas (FFA) pada *non polar lipid fraction* (NPLF) minyak nyamplung?
2. Bagaimana pengaruh rasio pelarut dan minyak nyamplung pada feed terhadap kandungan TAG dan FFA pada NPLF minyak nyamplung?
3. Bagaimana kandungan TAG dan FFA pada NPLF minyak nyamplung di tiap-tiap titik sampel pada alat *continuous countercurrent extraction* ?

I.3. Batasan Penelitian

Agar penelitian ini tidak menyimpang dari ketentuan yang digariskan, maka diambil batasan dan asumsi sebagai berikut:

1. Bagian yang akan diteliti adalah minyak nyamplung yang berasal dari inti di dalam biji tanaman nyamplung.
2. Metode pemurnian yang digunakan adalah *continuous countercurrent extraction*.
3. Senyawa yang akan dipisahkan dan dimurnikan adalah TAG dari minyak biji nyamplung untuk memenuhi standar

edible oil dengan kandungan TAG ≥ 98 % dan kandungan FFA $\leq 0,3\%$ (SNI, 2002).

I.4. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari dilakukannya penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh laju alir feed terhadap kandungan TAG dan FFA pada NPLF minyak nyamplung.
2. Mengetahui pengaruh rasio pelarut dan minyak nyamplung pada feed terhadap kandungan TAG dan FFA pada NPLF minyak nyamplung.
3. Mengetahui kandungan TAG dan FFA pada NPLF minyak nyamplung di tiap-tiap titik sampel pada alat *continuous countercurrent extraction*.

I.5. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari dilakukannya penelitian ini adalah:

1. Dapat mengetahui jumlah kandungan TAG dan FFA di dalam fraksi non polar minyak nyamplung.
2. Dapat mengetahui cara memisahkan dan memurnikan senyawa trigliserida yang terkandung di dalam NPLF minyak nyamplung dengan proses *continuous countercurrent extraction* sehingga dapat memenuhi standar *edible oil*.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1. Teori Penunjang

II.1.1. Kondisi Tanaman Nyamplung (*Calophyllum inophyllum*) di Indonesia

Tanaman nyamplung (*Calophyllum inophyllum*) merupakan salah satu jenis tanaman bakau yang mulai dikembangkan penanamannya di Indonesia pada tahun 1950. Sebagai tanaman bakau, nyamplung berfungsi sebagai pelindung pantai dari abrasi, penahan angin dari laut ke darat, penahan gelombang pasang, penahan tebing sungai dan pantai dari longsor serta penjaga kualitas air payau. Namun jumlah tanaman nyamplung turut mengalami penurunan setiap tahunnya seiring dengan kondisi hutan bakau di Indonesia yang semakin memprihatinkan, dimana 40% hutan bakau per tahun mengalami kerusakan (FAO, 2007). Penyebab utama hilangnya hutan bakau di Indonesia termasuk akibat konversi tambak udang yang dikenal sebagai “revolusi biru” (Sumatra, Sulawesi dan Jawa Timur), penebangan dan konversi lahan untuk pertanian atau tambak garam (Jawa dan Sulawesi) serta degradasi akibat tumpahan minyak dan polusi (Kalimantan Timur) (FAO, 2007). Padahal selain fungsinya dalam menjaga stabilitas pantai, tanaman nyamplung memiliki banyak manfaat yang besar baik sebagai sumber energi nabati terbarukan maupun sebagai obat.

II.1.2. Persebaran *Calophyllum inophyllum* (Nyamplung) di Indonesia

Tanaman nyamplung dapat ditemukan di Madagaskar, Afrika Timur, Asia Selatan dan Tenggara, Kepulauan Pasifik, Hindia Barat, dan Amerika Selatan. Tumbuhan ini memiliki nama yang berbeda di setiap daerah seperti bitalog di Filipina, bintangor di Malaysia, hitaullo di Maluku, nyamplung di Jawa, bintangur di Sumatera, poon di India, dan di Inggris dikenal dengan nama

Alexandrian laurel, tamanu, *pannay tree*, serta *sweet scented clophyllum* (Dweck dan Meadows, 2002). Di Indonesia dijumpai hampir di seluruh wilayah, terutama pada daerah pesisir pantai, seperti: Taman Nasional (TN) Alas Purwo, TN Kepulauan Seribu, TN Baluran, TN Ujung Kulon, Cagar Alam (CA) Pananjung Pangandaran, Kawasan Wisata (KW) Batu Karas, Pantai Carita Banten, wilayah Papua (pulau Yapen, Jayapura, Biak, Nabire, Manokwari, Sorong, Fakfak), Maluku Utara (Halmahera dan Ternate), TN Berbak (Pantai Barat Sumatera) (Leksono, 2014).

Di Pulau Jawa, nyamplung pada umumnya tumbuh dan ditanam di daerah pantai berpasir (0 m dpl.) juga pada tanah mineral sampai ketinggian 150 m dpl. Nyamplung tumbuh paling dekat pada posisi 50 – 1000 m dari bibir pantai dengan kerapatan pohon sangat bervariasi. Peta sebaran nyamplung dari 6 populasi di Jawa pada umumnya berdekatan dengan pantai selatan dan pantai barat pulau Jawa, yang mempunyai karakteristik fisik lahan dalam klasifikasi sistem dataran laut dan pantai, sistem dataran, tipe batuan sedimen pasir serta tipe batuan kapur yang terbentuk dari endapan muara dan endapan vulkanik (Leksono, 2014).



Gambar II.1 Persebaran *Calophyllum inophyllum* di Indonesia (Pusat Penelitian dan Pengembangan Hasil Hutan, 2008).

II.1.3. Karakteristik Tanaman Nyamplung (*Calophyllum inophyllum*)

Nama ilmiah dari *Calophyllum inophyllum* diambil dari bahasa Yunani *Kalos*, yang berarti cantik dan *Phyllon* yang berarti daun. Di Inggris, pohonnya dikenal sebagai *beatiful leaf* terjemahan dari bahasa Yunani, *Indian Laurel* (karena berasal dari India), *Alexandrian Laurel*, dan *Beach Calophyllum* (karena pohonnya biasanya tumbuh di tepi pantai). Di Tahiti, pohon ini dinamakan *ati* dan buahnya disebut *tamanu*. Di Samoa, pohon ini dikenal dengan nama *featau*, *damamu* di Pulau Fiji, dan *te itai* di Pulau Kiribati. Di Indonesia, tanaman ini disebut dengan *nyamplung*, *Penaga Laut* di Malaysia, dan *Puna* di Pulau Lakshadweep (Ling dkk, 2009). Taksonomi tanaman nyamplung menurut Heyne (1987) adalah sebagai berikut :

Divisi	: Spermatophyta
Subdivisi	: Angiospermae
Kelas	: Dicotyledone
Bangsa	: Guttiferales
Suku	: Guttiferae
Marga	: <i>Calophyllum</i>
Jenis	: <i>Calophyllum inophyllum</i> L.
Nama umum	: Nyamplung



Gambar II.2 Pohon, Kayu, Bunga, Daun, Buah, dan Biji Tanaman Nyamplung (Pusat Penelitian dan Pengembangan Hasil Hutan, 2008).

Tanaman nyamplung memiliki karakteristik atau ciri-ciri tertentu, baik dari batang, daun, bunga, buah dan akar. Karakteristik dari bagian tanaman nyamplung ditunjukkan pada Tabel II.1. (Yunitasari, 2008). Tanaman nyamplung mudah dibudidayakan, tumbuh baik pada ketinggian 0-800 meter dpl seperti di hutan, pegunungan dan rawa-rawa, curah hujan antara 1000-5000mm per tahun, pH tanah 4.0-7.4, tumbuh pada tanah tandus, daerah pantai yang kering dan berpasir atau digenangi air laut. Tinggi tanaman dapat mencapai 30 meter dengan diameter 0.8 meter, daun mengkilap, batang berwarna abu-abu hingga putih, warna kayu bervariasi tergantung spesies. Tanaman nyamplung berbuah sepanjang tahun terutama pada bulan Februari-Maret dan Agustus-September di Indonesia dan di Hawaii pada bulan April-Juni dan Oktober-Desember. Tanaman nyamplung memiliki daya tahan yang tinggi terhadap lingkungan, ditemukan dalam jumlah populasi yang besar, dengan kisaran umur yang lama (1-50 tahun), dan memiliki biji yang banyak (Friday and Okano, 2006).

Tabel II.1 Karakteristik Tanaman *Calophyllum inophyllum*

Nama Bagian Tanaman	Ciri-ciri
Batang	Berkayu, bulat, dan berwarna coklat atau putih kotor
Daun	Berwarna hijau, tunggal, bersilang berhadapan, bulat memanjang atau bulat telur, ujung tumpul, pangkal membulat, tepi rata, pertulangan bersirip, panjang 10-21 cm, tangkai 1,5-2,5 cm, daging daun seperti kulit/belulang
Bunga	Majemuk, bentuk tandan, di ketiak daun yang teratas, berkelamin dua, diameter 2-3 cm, daun berkelopak empat, tidak beraturan, benang sari banyak, tangkai putih membengkok, kepala putik bentuk perisai, daun mahkota empat, bentuk perisai.
Buah	Batu, bulat seperti peluru dengan mancong kecil di depannya, diameter 2,3-3,5 cm, berwarna coklat.
Akar	Tunggang, bulat, berwarna coklat.

Luas areal tanaman nyamplung mencapai 480.700 Ha (Hasibuan dan Sayekti, 2017). Daerah penyebaran nyamplung diantaranya adalah Sumatera Barat, Riau, Jambi, Sumatera Selatan, Lampung, Jawa, Kalimantan Barat, Kalimantan Tengah, Sulawesi, Maluku, dan NTT. Hutan nyamplung dikelola secara profesional oleh Perum Perhutani Unit 1 KPH Kedu Selatan Jawa Tengah

dengan luas mencapai 196 ha. Nyamplung juga dikembangkan oleh masyarakat Cilacap khususnya di sekitar Kecamatan Patimuan dan daerah Gunung Selok Kecamatan Kroya/Adipala. Mereka memanfaatkan kayu nyamplung untuk pembuatan perahu nelayan. Sejak tahun 2007, Dinas Kehutanan Perkebunan Kabupaten Cilacap telah menanam 135 ha di lahan TNI Angkatan Darat sepanjang Pantai Laut Selatan, tahun 2008 direncanakan menanam seluas 300 ha (Thalib, 2011).

II.1.4. Properti dan Kandungan Minyak Nyamplung

Produksi biji nyamplung per tahun mencapai 20 ton/ha. Kandungan minyak biji nyamplung yaitu 55% pada inti segar (Heyne, 1987). Penelitian lain menyebutkan bahwa kandungan minyak dalam biji nyamplung sebesar 75% (Dweck dan Meadows, 2002), 40-73% (Soerawidjaja dkk, 2005), 75 % berat (Venkanna dan Reddy, 2009). Properti minyak nyamplung dijabarkan pada Tabel II.2. (Balitbang Kehutanan, 2008).

Tabel II.2 Properti Minyak Nyamplung

Properti	Nilai
Kadar air (%)	0,25
Densitas pada suhu 20°C (g/ml)	0,944
Viskositas suhu 40°C (cP)	56,7
Bilangan asam (mg KOH/g)	59,94
Kadar asam lemak bebas (%)	29,53
Bilangan penyabunan (mg KOH/g)	198,1
Bilangan iod (mg/g)	86,42
Indeks refraksi	1,447
Penampakan	Hijau gelap dan kental dengan bau menyengat

TAG adalah kandungan yang dominan di dalam minyak, yaitu sebesar 78%, FFA sebesar 8,51%, diasilgliserida (DAG) sebesar 5,1%, monogliserida (MAG) sebesar 2,75%, Wax sebesar 2,47% dan lainnya sebesar 2,63%. Pada Tabel II.3 diberikan Kandungan NPLF dan PLF dalam tanaman nyamplung di dalam minyak nyamplung (Aparamarta dkk, 2016).

Tabel II.3 Kandungan NPLF dalam Minyak Nyamplung

Kandungan	NPLF (%)
FFA	0,35
MAG	0,06
DAG	0,42
TAG	98,5
Lain-lain*	0,64

*) seperti hidrokarbon, *calophyllolide*, kumarin, *phytosterols*, *gum* dan *wax*.

II.1.5. Manfaat dan Kandungan dalam Tanaman Nyamplung (*Calophyllum inophyllum*)

Menurut Ling dkk. (2009), tanaman nyamplung dapat berfungsi sebagai anti bakteri, anti kanker, antineoplastic, anti inflamasi, antiplatelet, antipsikotik, antiviral, photoprotective, molluscicidal, dan piscicidal. Pemanfaatan bagian tanaman nyamplung menurut beberapa sumber dijabarkan pada Tabel II.4. Senyawa bioaktif untuk obat yang terkandung dalam tanaman ini diantaranya: *Inophynone*, *Canophyllol*, *Canophyllic acid*, *Calophyllolide*, *Inophyllolide*, *Inophyllum B*, *C*, *P*, and *E*, *Jacareubin*, (+) *Calanolide A*, *Inocalophyllins A* dan *B*, *Calophynone*, *Calophyllumin* dan *C*, *Inophyllin A* (Ling dkk, 2009).

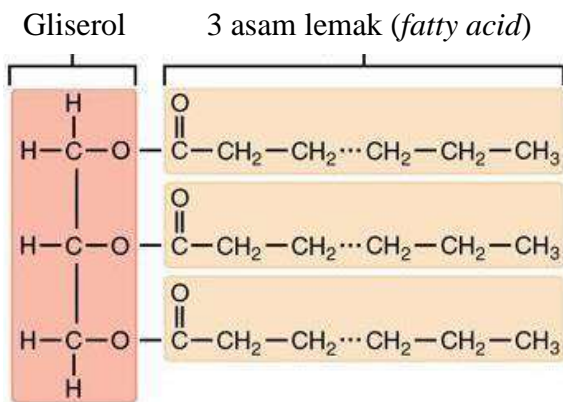
Tabel II.4 Manfaat Tiap Bagian Tanaman Nyamplung

Nama Bagian Tanaman	Ciri-ciri
Getah	Penduduk Samoa menggunakan getah tanaman ini dengan mengoleskannya di ujung panah mereka untuk berburu. Getah ini menyebabkan kebutaan jika terjadi kontak dengan mata, dan akan menyebabkan kematian apabila terbawa ke sirkulasi darah.
Akar	Di Mauritius rebusan akar tanaman ini digunakan untuk mengobati bisul dan <i>ophthalmia</i> (mata bengkak)
Kulit Pohon	Kulit pohon dapat digunakan sebagai obat analgesic, antiplasmoc, dan mengandung tannin. Di India dan Indo-China, kulit pohon yang ditumbuk digunakan dalam orchitis. Kulit pohon juga digunakan untuk mengobati disentri. Sementara di Indonesia, rebusan kulit pohon digunakan setelah melahirkan sebagai pembersih alat kelamin dan pada penyakit gonorrhea
Daun	Rebusan daun hangat digunakan untuk luka tore, luka lecet, jerawat, dan beberapa penyakit kulit ringan lain akibat bakteri. Di Madagaskar, Linga, dan Fiji, air rebusan ini juga digunakan untuk mengobati mata bengkak.

II.2. Triglicerida

Hampir semua lemak dan minyak yang berasal dari hewan dan tanaman mengandung banyak triasilgliserol (triglicerida). Senyawa triglicerida terdiri dari gliserol dengan gugus hidroksilnya yang teresterifikasi dengan asam lemak (AOCS, 2011).

Penyusun triglicerida utama minyak nabati dan lemak hewani yang terbentuk dari gliserol dan 3 asam lemak seperti pada Gambar II.3. Fungsi utama triglicerida adalah sebagai zat energi lemak disimpan di dalam tubuh dalam bentuk triglicerida. Apabila sel membutuhkan energi, enzim lipase dalam sel lemak akan memecah triglicerida menjadi gliserol dan asam lemak serta melepaskannya ke dalam pembuluh darah. Oleh sel-sel yang membutuhkan komponen-komponen tersebut kemudian dibakar dan menghasilkan energi, karbondioksida (CO_2) dan air (Gianisa, 2015).



Gambar II.3 Struktur Triglicerida

Komponen yang terkandung dalam hasil ekstraksi minyak nyamplung yaitu MAG, DAG dan FFA. MAG dikenal secara memiliki aktivitas spesifik sebagai antibakterial, antijamur. Selain itu juga memiliki nutrisi tinggi yang berkontribusi pada kesehatan

manusia (Wang dkk, 2013; Zhong dkk, 2009) DAG pada kadar yang berbeda-beda telah digunakan secara luas sebagai emulsifier, stabilizer pada makanan, untuk obat-obatan dan industri kosmetik. Campuran MAG dan DAG sering digunakan untuk aplikasi serupa karena murah dan memiliki kinerja yang baik (Fureby dkk, 1997). Sedangkan, adanya senyawa FFA pada minyak menyebabkan efek negatif pada rasa, bau, tampilan dan stabilitas penyimpanan (Aluyor dkk, 2009). Minyak biji nyamplung mentah didominasi oleh Oleic acid (C18:1), diikuti dengan linoleic acid (C18:2), stearic acid (C18:0) dan palmitic acid (C16:0) (Crane dkk, 2005; Sahoo dkk, 2007; Ajayi dkk, 2008; Atabani dkk, 2013). Oleic acid merupakan salah satu asam lemak yang bermanfaat bagi tubuh, diantaranya melindungi dari radikal bebas (Haugh dkk, 2007), menurunkan tekanan darah sementara meningkatkan kolesterol HDL yang baik bagi wanita (RuizGutiérrez, 1998), dan mencegah kanker (Elizabeth, 2014). Menurut Aparamarta, dkk (2017) hasil ekstraksi dengan metode batchwise ditemukan bahwa fatty acid yang terkandung dalam TAG antara lain *palmitic acid* (C16:0), *stearic acid* (C18:0), *oleic acid* (C18:1c), *linoleic acid* (C18:2c), and *linolenic acid* (C18:3c) dan menjanjikan sebagai edible oil.

II.3. Ekstraksi

Ekstraksi adalah metode yang digunakan untuk memisahkan zat yang masih bercampur dengan zat lain. Dalam ekstraksi cair-cair, cairan umpan dari dua atau lebih komponen yang akan dipisahkan dikontakkan dengan fase cair kedua, disebut pelarut, yang tidak saling larut atau larut sebagian dengan satu atau lebih komponen dari umpan. Pelarut tersebut melarutkan sebagian komponen tertentu dari cairan umpan (Seader dan Henley, 2006). Metode ini memiliki beberapa keuntungan seperti ramah lingkungan karena pelarut dapat digunakan kembali dan peralatan yang digunakan sederhana (Aparamarta dkk., 2016).

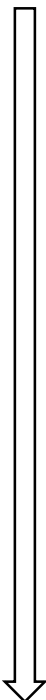
Untuk mengidentifikasi kandungan senyawa dari minyak tanaman nyamplung, hal yang perlu dilakukan pertama kali adalah memisahkan antara kandungan polar dan non-polarnya. Pemisahan ini dapat dilakukan berdasarkan pada pelarut yang digunakan. Ekstraksi pelarut secara biner menggunakan pelarut polar dan non-polar memberikan pemisahan yang lebih baik untuk *fatty acid steryl esters* (FASE) dengan kemurnian yang tinggi. FASE adalah fitosterol terkonjugasi, dimana gugus OH dari fitosterol bebas dilakukan esterifikasi yang bergabung dengan asam lemak, seperti palmitat dan stearate sitosteryl esters. FASE dan minyak (TAG) saling larut satu sama lain, penelitian banyak memfokuskan pada penambahan FASE pada *edible oil* (Hirota dkk, 2003).

Senyawa polar adalah suatu senyawa yang terbentuk akibat satu atom mempunyai keelektronegatifan yang substansial lebih besar daripada yang lain. Semakin elektronegatif suatu atom, semakin besar tarikannya terhadap ikatan elektron. Hasilnya adalah suatu ikatan dengan distribusi rapat elektron yang tak merata. Senyawa non-polar adalah suatu senyawa yang terbentuk akibat atom dengan keelektronegatifan yang sama atau hampir sama membentuk ikatan kovalen, dimana kedua atom menerapkan tarikan yang sama atau hampir sama terhadap elektron ikatan. Umumnya, ikatan karbon-karbon dan ikatan karbon- hidrogen adalah jenis ikatan non-polar yang paling umum (Fessenden, R.J., 1986).

Pemilihan pelarut tersebut berdasarkan indeks polaritas. Air merupakan pelarut polar dengan indeks polaritas sebesar 9. Sedangkan metanol merupakan senyawa agak polar dengan indeks polaritas sebesar 5,1. Untuk *N-hexane/petroleum eter* merupakan senyawa non-polar dengan indeks polaritas sebesar 0 (Sadek, 2002). Dengan dua sifat polaritas yang berbeda diharapkan senyawa polar yang terkandung dalam minyak nyamplung akan terlarut pada pelarut polar begitu pun sebaliknya. Polar atau non-polar suatu senyawa dapat dilihat

pada Tabel II.5.

Tabel II.5 Polaritas Pelarut

Relative Polarity	Formula	Grup	<i>Solvents</i>
	R-H	Alkana	Petroleum Eter, Heksana, Ligroin
	Ar-H	Aromatis	Toluen
	R-O-R	Eter	Dietil Eter
	R-X	Alkil Halida	Triklorometana, Kloroform
	R-COOR	Ester	Etil Asetat
	R-CO-R	Aldehid,	Aseton, MEK
	R-NH ₂	Keton	
		Amina	Phyridine, Trietilamina
	R-OH	Alkohol	MeOH, EtOH, IPA, Butanol
	R-COHN ₂	Amida	
	R-COOH	Asam	Dimetilformamid
	H-O-H	Karboksilat	Asam Etanoat
		Air	

Polar

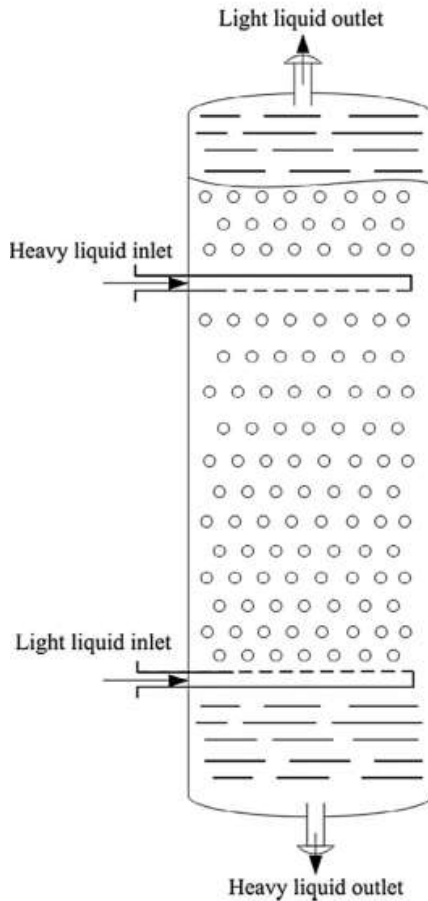
Peralatan untuk ekstraksi cair-cair dapat diklasifikasi menjadi dua kategori utama. Klasifikasi pertama yaitu dimana cairan dicampur (*mixed*) kemudian fase-fase yang tidak larut

didiamkan untuk kemudian dipisahkan seperti yang dilakukan oleh Aparamarta dkk. (2016). Klasifikasi yang kedua yaitu dimana terjadi kontak *countercurrent* secara kontinyu (*continuous countercurrent contact*) antara fase-fase yang tidak larut (Treybal, 1951).

Peralatan untuk ekstraksi dengan *continuous countercurrent contact* diantaranya ada *packed tower*, *spray tower*, *baffle tower*, *perforated-plate tower*, dan lain-lain. Pada penelitian ini akan digunakan *packed tower*, dimana fraksi cairan berat memasuki kolom atau *tower* melalui bagian atas kolom dan fraksi ringan melalui bawah kolom. Kedua cairan akan kontak melalui *packing* untuk selanjutnya cairan ringan keluar melalui ujung atas kolom dan cairan berat melalui dasar kolom (Treybal, 1951).

II.4. Liquid-liquid Extraction

Ekstraksi fase cair-cair adalah salah satu teknik ekstraksi yang berguna dalam berbagai teknologi pemisahan. Dalam pengoperasiannya terjadi pemisahan satu atau beberapa kandungan fase padatan maupun cair dengan menambahkan fase liquid lain dimana bahan tersebut ditransfer secara khusus. Transfer massa ini sering kali dilakukan pada ekstraksi *countercurrent*. Skema ekstraksi *countercurrent* ditampilkan pada Gambar II.4. dimana zat terlarut dialirkan dari feed ke pelarut (dari satu fase ke fase lainnya). Transfer massa pada umumnya merupakan fungsi dari konstanta difusi, derajat turbulensi, dan interfacial area. Faktor-faktor yang dapat diubah menggunakan kontaktor fase cair-cair untuk meningkatkan transfer massa ialah derajat turbulensi dan interfacial area (Hussain dkk, 1988).



Gambar II.4 Skema Ekstraksi *Continuous Countercurrent*

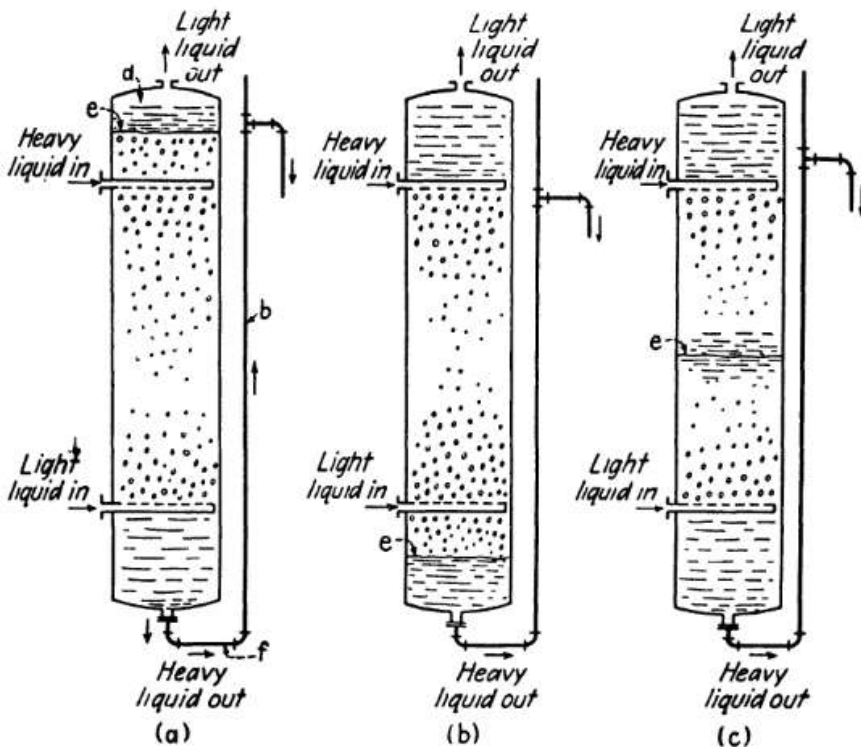
II.4.1. Macam peralatan *Continuous Countercurrent Extraction*.

Peralatan yang digunakan untuk larutan yang saling tidak bercampur dan mengalir secara *countercurrent* dalam proses

continuous antara lain *spray tower*, *packed tower*, *baffle tower*, *perforated-plate tower*, dan *wetted-wall*.

1. *Spray Tower*

Spray tower merupakan alat paling sederhana untuk mendispersi *liquid* seperti ditampilkan pada Gambar II.5, dimana kolom kosong dengan ketentuan tertentu untuk mengontakkan *liquid*. Berdasarkan Gambar II.5a fase cair ringan terdispersi. Selururh fase cair berat masuk bagian atas melalui distributor, mengalir ke bawah secara continuous, dan keluar dari bagian bawah. Fase cair ringan masuk di bagian bawah kolom melalui distributor dalam bentuk tetes kecil dan naik menuju bagian atas kolom disebabkan densitas yang lebih ringan dan terkumpul di *layer d* dan keluar pada bagian atas *tower*. Ketinggian dari fase cair berat pada bagian bawah *loop b* (tekanan statik + *pressure drop* oleh friksi) harus seimbang antara fase ringan dan berat, dan posisi interface *e* akan diatur sedemikian (Treybal, 1951).

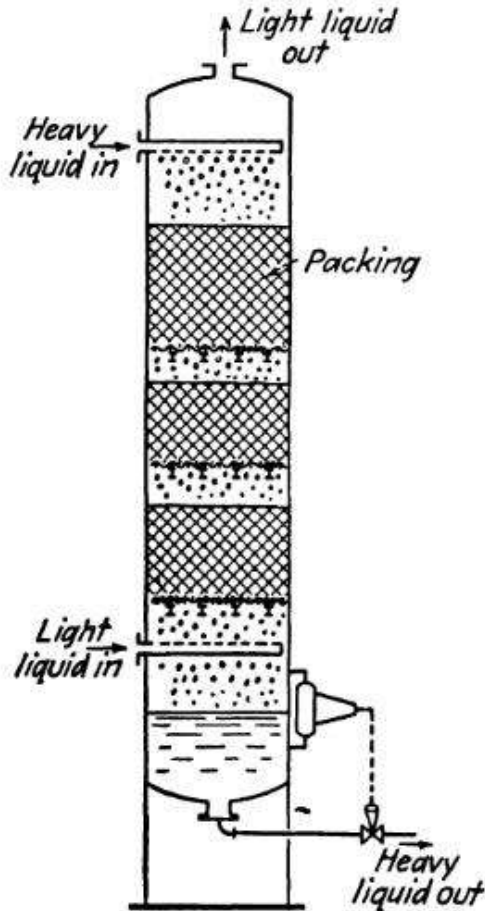


Gambar II.5 *Spray Tower*

2. *Packed Tower*

Untuk meningkatkan turbulensi aliran dan juga meningkatkan laju ekstraksi, kolom seringkali diisi dengan *packing*. Packed tower merupakan alat yang sederhana untuk liquid dengan tingkat korosif yang tinggi. Untuk liquid yang mengandung solid atau solid yang mengendap selama proses ekstraksi, kecenderungan kolom akan tersumbat dan kesulitan dalam proses pembersihan sehingga jarang dipilih sebagai alat ekstraksi. *Packed tower* banyak digunakan untuk mendapatkan solvent dari minyak pelumas, hidrogen sulfida removal dari fraksi petroleum, pemurnian naphtha, *refining* pelarut

dari minyak tumbuh-tumbuhan, dan umumnya digunakan pada proses *recovery* senyawa organik sintesis (Treybal, 1951).

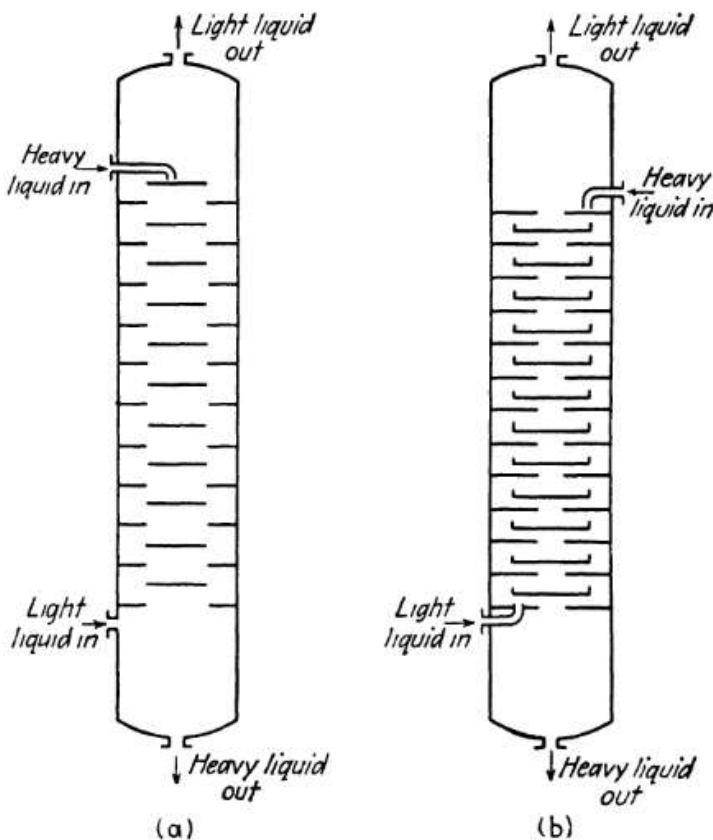


Gambar II.6 *Packed Tower*

3. *Baffle Tower / Tray Tower*

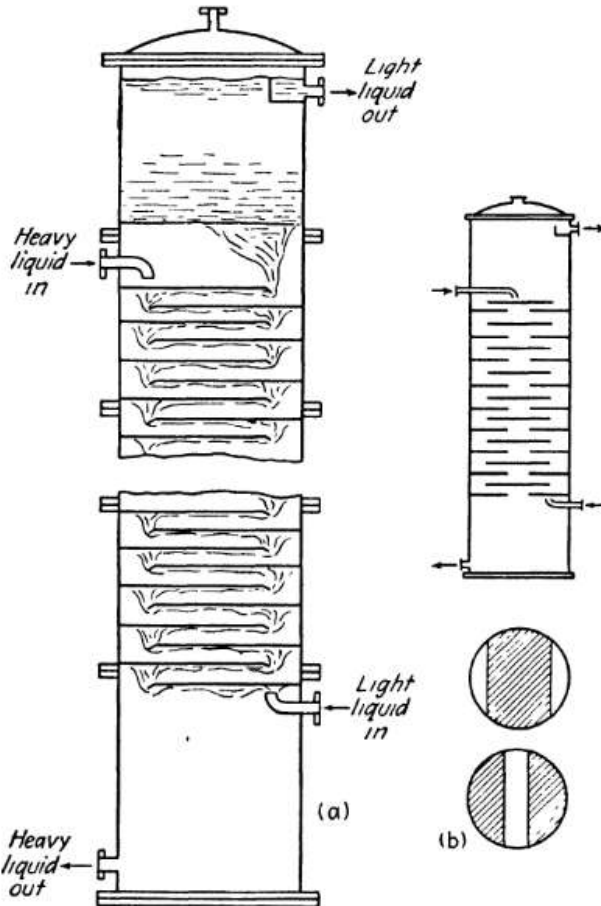
Alat esktraksi ini merupakan kolom vertikal yang tersusun dari baffle-baffle horizontal untuk dilalui aliran *liquid*. Terdapat 3 tipe baffle: *disk-and-doughnut*, *side-to-side*, dan *center-to-side*. Disk-and-doughnut baffle tersusun dari annular ring berseling-selingan

yang terpasang dibagian kolom dan cakram pendukung terletak ditengah. Pada Gambar II.7a menurut desain Thompson disk memiliki diameter yang sama dengan bukaan doughnut. Bukaan doughnut lebih kecil dan terdapat disk dengan pinggiriran untuk menahan heavy liquid pada disk sesuai desain Ittner pada Gambar II.7b



Gambar II.7 Disk-and-doughnut baffle tower (a) after Thompson
(b) after Ittner

Aliran *side-to-side* dibentuk oleh susunan ruas-ruas baffle seperti pada Gambar II.8a terlihat digunakan baffle yang tersusun dari kerah untuk menghasilkan friksi pada kolom, diletakkan pada ruang kolom, dan dilengkapi dengan pinggiran yang bukan saja terpasang pada baffle namun juga untuk menampung genangan liquid yang terdispersi pada baffle. Tipe *center-to-center* seperti gambar II.8b menggunakan prinsip yang sama, namun biasanya digunakan untuk tower dengan diameter yang lebih besar to mengurangi jarak lintasan liquid pada baffle. Jarak antar baffle pada tower ini antara 4 in hingga 6 in. Tower tersebut serbaguna, dapat digunakan untuk kapasitas besar, dan biasanya digunakan untuk ekstraksi asam asetat, kafein, dan *recovery* senyawa organik sintesis (Treybal, 1951).



Gambar II.8 Baffle tower (a) side-to-side (b) center-to-side

Kelebihan utama pada *packed column* dibandingkan tray column atau alat agitasi lainnya antara lain:

1. Pengoperasian dan *maintenance* lebih mudah karena tidak terdapat bagian yang dipindah-pindahkan.
2. Pada suhu dan tekanan tinggi pengoperasian cukup mudah

3. Material yang digunakan tidak terbatas untuk media korosif; stainless steel hingga high-alloyed metal, polypropylene hingga PTFE, keramik teknis hingga karbon murni.
4. Kapasitas keluaran tinggi

Terdapat perbedaan fungsi pada bagian dalam kolom pada penggunaan *vapor/liquid* seperti pada distilasi atau absorpsi, dimana permukaan spesifik dari packing memberikan area kontak agar terjadi transfer masa. Sebaliknya, pada kolom ekstraksi fase cair-cair area transfer massa tidak tergantung pada permukaan *packing*, namun tergantung pada *drop phase* yang tertahan di dalam tower. Fungsi utama dari packing adalah untuk meningkatkan panjang lintasan alir sehingga meningkatkan waktu tinggal dari fase turun (Rauber, 2004).

II.5. Identifikasi dan Analisa Minyak Nyamplung

Pemisahan campuran menjadi komponen-komponennya adalah hal yang penting dalam semua cabang kimia dan tidak kalah pentingnya dalam banyak bidang lain di mana teknik-teknik kimia digunakan untuk memecahkan berbagai macam masalah. Pemisahan untuk identifikasi dan karakterisasi umumnya dibagi menjadi dua macam, yaitu metode kromatografi dan metode non-kromatografi. Kromatografi adalah suatu metode pemisahan fisik, di mana komponen-komponen yang dipisahkan didistribusikan di antara dua fasa, salah satu fasa tersebut adalah suatu lapisan stasioner dengan permukaan yang luas, yang lainnya sebagai fluida yang mengalir perlahan di sepanjang landasan stasioner (Day dan Underwood, 2002).

II.5.1. *Thin Layer Chromatography* (TLC)

Thin Layer Chromatography (TLC) merupakan metode yang banyak digunakan untuk pemisahan dan identifikasi suatu senyawa di dalam suatu campuran. TLC menggunakan prinsip yang sama dengan ekstraksi untuk mencapai pemisahan dan

pemurnian senyawa, yaitu pemisahan yang berbeda dari senyawa antara dua fase berdasarkan perbedaan kelarutan senyawa dalam dua tahap. Dalam metode TLC, satu fase adalah fase gerak dan fase lainnya adalah fase diam dengan luas permukaan yang tinggi. Fase diam biasanya terdiri dari adsorben halus, contohnya silica (SiO_2), atau alumina (Al_2O_3) yang digunakan dalam bentuk lapisan tipis (sekitar 0,25 mm). Fase gerak terdiri dari pelarut organik yang mudah menguap. Jenis adsorben yang biasa digunakan terdapat pada Tabel II.6. (Institute of Physics Academia Sinica, 2007).

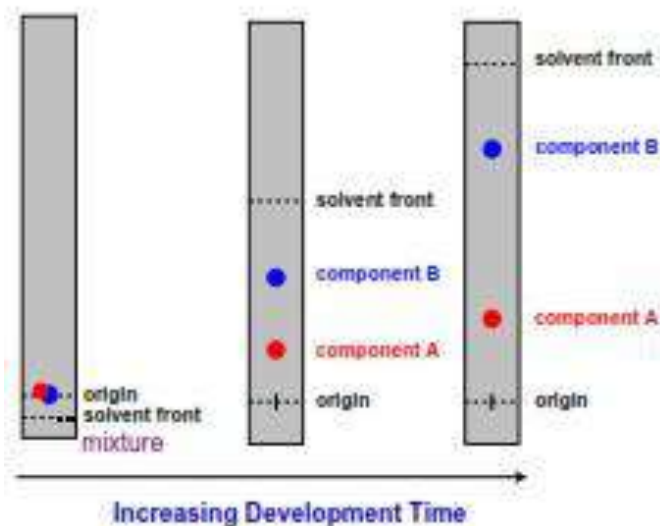
Tabel II.6 Jenis *adsorbent*

	<i>Adsorbent</i>
Paling Kuat  Paling Lemah	Silika Gel
	Alumunium Oksida
	Magnesium Karbonat
	Kalsium Phospat
	Selulosa

TLC terdiri atas tiga langkah yaitu *spotting*, *development*, dan *visualization*. Pada *spotting*, sampel akan ditotolkan pada plate TLC dalam jumlah yang kecil dengan menggunakan *micropipet*. Pada *development*, senyawa-senyawa dalam sampel akan terelusi dengan kecepatan yang tergantung pada sifat senyawa-senyawa tersebut (kemampuan terikan pada fasa diam dan kemampuan larut dalam fasa gerak). Senyawa non-polar akan lebih sedikit tertarik pada *plate* sehingga akan menghabiskan waktu yang lebih banyak pada fase gerak. Senyawa ini akan bergerak lebih cepat dan muncul lebih dekat dengan puncak dari plate. Sedangkan senyawa polar akan lebih tertarik pada *plate* sehingga akan menghabiskan waktu lebih sedikit pada fase gerak dan akan muncul lebih rendah pada *plate*. Pada visualisasi, *spot-spot* dapat secara langsung diamati setelah proses *development*. Namun karena pada umumnya suatu senyawa tidak berwarna,

metode visualisasi dibutuhkan. Misalnya pada silika gel dalam *plate* TLC yang akan menampilkan dark spot di bawah sinar ultraviolet atau dengan menempatkan *plate* pada iodin *vapor* dalam beberapa menit. Senyawa-senyawa organik pada umumnya akan membentuk warna gelap kompleks dengan iodin.

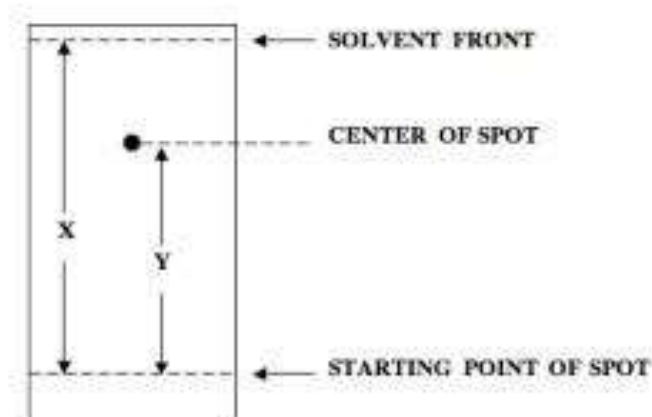
Pada Gambar II.9. dapat dilihat bahwa semakin berjalannya waktu, komponen A dan komponen B akan terpisah. Pelarut terus bergerak menuju atas dengan prinsip kapilaritas. Komponen B merupakan senyawa yang kurang polar dibandingkan komponen A karena lebih dekat dengan puncak *plate*. Sedangkan komponen A merupakan senyawa yang lebih polar.



Gambar II.9 Penggambaran Skema TLC dengan Campuran Dua Komponen

Analisis suatu senyawa dalam TLC biasanya dilakukan dengan dibandingkan terhadap senyawa standarnya. Nilai R_f (*Retardation factor*) digunakan untuk mengkuantitaskan

perpindahan dari suatu material sepanjang *plate*. R_f sebanding dengan jarak yang berpindah dari suatu substansi dibagi dengan jarak yang berpindah dari suatu *solvent* atau dapat ditunjukkan pada Gambar II.12. Biasanya nilainya diantara nol dan satu. Umumnya efektif *solvent* memiliki nilai R_f antara 0,3-0,7. Secara ideal, nilai R_f akan sama dari senyawa yang diberikan dengan menggunakan pelarut yang sama. Secara praktis, perpindahan berdasarkan dari struktur dan ketebalan dari *layer*, jumlah air tersisa, dan efek dari *binding agents*.



Gambar II.10. Penentuan *Retardation factor*

Thin Layer Chromatography (TLC) ini adalah analisa kualitatif. Keuntungan dengan menggunakan metode TLC adalah mudah, cepat, dan murah. Namun terkadang juga ada masalah dengan metode ini, misalnya adalah sampel tidak muncul yang kemungkinan dapat disebabkan karena sampel tidak cukup atau dibutuhkan metode visualisasi yang berbeda.

Dari penelitian yang telah dilakukan oleh Gunawan dkk. (2008), analisa TLC digunakan untuk mengidentifikasi pemisahan dan pemurnian *squalene* dari minyak kacang kedelai dengan

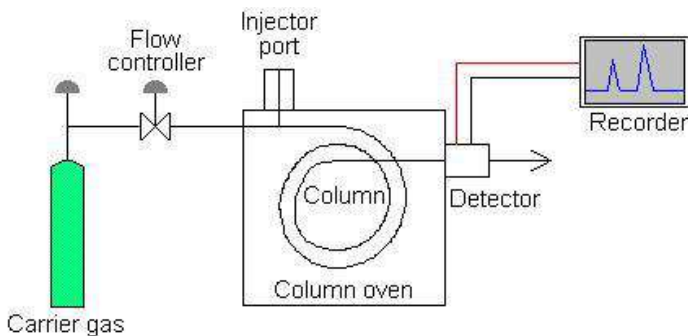
campuran pelarut heksana, etil asetat, dan asam asetat dengan perbandingan volume 95:5:1. Setelah di keringkan, titik/*spot* pada masing-masing *plate* dilihat dengan diberi uap iodin.

TLC juga digunakan untuk analisa kualitatif pemisahan dan pemurnnian triasilgliserol dari minyak nyamplung dengan menggunakan fase gerak heksana, etil asetat, dan asam asetat dengan perbandingan volume 80:20:1. Setelah itu, kertas TLC dikeringkan pada suhu ruang. Untuk membaca hasilnya, kertas TLC dipapar dengan sinar UV 365 nm (Aparamarta dkk., 2016).

II.5.2. Gas Chromatography (GC)

Gas chromatography (GC) merupakan alat untuk analisa konten dari macam-macam komponen dalam sampel. Fase gerak dari GC berupa gas inert (*carrier gas*) seperti helium, argon, atau nitrogen dan fase diamnya berupa cairan/*liquid*. Hampir seluruh GC menggunakan kolom kapiler dimana fase diam menyelimuti dinding kolom.

Pemisahan komponen berdasarkan perbedaan kekuatan interaksi komponen dengan fase diam. Semakin kuat interaksi maka semakin lama waktu yang dibutuhkan untuk melalui kolom (semakin lama *retention time*). Detektor akan mengukur kuantitas komponen-komponen yang keluar dari kolom. Untuk mengukur sampel dengan konsentrasi yang tidak diketahui, sampel standar yang diketahui konsentrasinya diinjeksi ke instrumen GC, kemudian puncak *retention time* dari sampel standar dibandingkan dengan sampel uji untuk menghitung konsentrasi sampel uji.



Gambar II.11 Sistem *Gas Chromatography*

II.6. Studi Hasil Penelitian Sebelumnya

Penelitian-penelitian tentang deodorisasi dan proses pemisahan minyak nyamplung yang telah dilakukan antara lain :

1. Amarullah, A.K. dan Syifalia , L. (2017)

Trigliserida (TAG) dipisahkan dari Minyak Nyamplung melalui *continuous countercurrent extraction* dengan menggunakan *Packed coloumn*. Ekstraksi menggunakan rasio pelarut n-heksana terhadap crude minyak nyamplung adalah 15:4 (g/g). Aliran keluar berupa extact dan raffinate, extact merupakan metanol dan minyak nyamplung yang terdistribusi pada metanol, sedangkan raffinate adalah n-heksana dan minyak nyamplung yang terdistribusi pada n-heksana. Ditemukan bahwa Pengaruh laju alir feed terhadap kandungan trigliserida pada NPLF minyak nyamplung menunjukkan kandungan trigliserida dengan perbandingan laju alir feed lebih kecil mendapatkan hasil yang lebih baik dan hasil tertinggi didapatkan dari hasil percobaan dengan laju alir (n-heksana+crude oil):metanol=1:2. Kondisi operasi optimum pada penelitian ini adalah saat laju alir (n-heksana+crude oil):metanol=0,12:0,24 l/min dengan diperoleh kadar trigliserida 91,34% dan recovery minyak sebesar 93,28%

2. Aparamarta dkk. (2016)

Minyak nyamplung (*Calophyllum inophyllum*) adalah salah satu bahan baku yang menjanjikan karena kandungan minyak yang tinggi. Penelitian sebelumnya yang terbatas untuk karakterisasi dan konversi menjadi biodiesel. Dalam karya ini, trigliserida (TAG) dipisahkan dari minyak melalui *batch* ekstraksi pelarut dengan menggunakan campuran petroleum eter-metanol (metanol 25%) dan rasio massa pelarut:minyak sebesar 1:5. Ditemukan bahwa asam lemak bebas (FFA) konten menurun 8,51-2,16% dan 0,35% setelah satu dan delapan tahap ekstraksi. Selain itu, konten TAG meningkat secara signifikan 78,30-91,46% dan 98,53% setelah ekstraksi satu dan delapan tahap. Hal ini menunjukkan bahwa metode yang diusulkan dapat menggantikan degumming, netralisasi, dan langkah-langkah pemutihan dalam kimia. Meskipun metode yang diusulkan membutuhkan sejumlah besar pelarut organik mudah terbakar dan tidak ramah lingkungan, pelarut mudah dipulihkan.

3. Anggraini dkk. (2014)

Proses isolasi trigliserida dimulai dengan memisahkan senyawa yang diinginkan dari lipid menggunakan ekstraksi pelarut-pelarut dengan dua macam *variable solvent* yaitu: n-hexane-methanol serta petroleum eter-methanol. Pemilihan pelarut berdasarkan atas nilai kepolaran yang dimilikinya karena *solvent* yang saling larut tidak dapat digunakan dalam ekstraksi ini. Rasio jumlah *solvent* non polar dan polar ini juga divariasikan, yaitu: 100:0, 75:25, 50:50 dan 0:100. Dari hasil percobaan dan hasil analisa yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa trigliserida banyak larut dalam *solvent* non polar yaitu hexane dan petroleum eter. Konsentrasi trigliserida dalam minyak nyamplung sebesar 74%. Trigliserida memiliki ikatan karbon yang kompleks sehingga memiliki titik didih yang tinggi oleh karena itu belum dapat terdeteksi dalam GC-MS dan suhu operasi GC-MS yang berkisar hanya 250°C.

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

III.1 Proses Pemurnian Trigliserida

- a. Cairan yang digunakan berupa minyak nyamplung.
- b. Ekstraksi menggunakan *packed tower*. Minyak nyamplung sebagai *solute*, *N-hexane* sebagai diluen, dan methanol sebagai *solvent*.
- c. Aliran masuk dari atas berupa *N-hexane* dan *crude* minyak nyamplung sedangkan aliran masuk dari bawah berupa *methanol*.

III.2 Variabel Percobaan

- Laju alir (*N-hexane* + *Crude* minyak nyamplung):
Methanol
 - 1) 6:12,5 LPH
 - 2) 6:15 LPH
 - 3) 6:20 LPH
- Rasio massa total pelarut : *Crude* minyak nyamplung
 - 1) 4:1
 - 2) 5:1
 - 3) 6:1
 - 4) 7:1

III.3 Identifikasi Produk

- a. Analisa kualitatif PLF dan NPLF minyak nyamplung hasil ekstraksi diuji dengan TLC.
- b. Analisa kuantitatif diuji dengan *Gas Chromatography* (GC).

III.4 Bahan, Alat dan Skema Alat Penelitian

III.4.1. Bahan Penelitian

1. *Crude* minyak nyamplung
2. *N-hexane* teknis (HE)
3. Metanol teknis (ME)
4. Kertas TLC
5. Etil Asetat
6. Asam Asetat
7. Larutan komponen standar minyak goreng

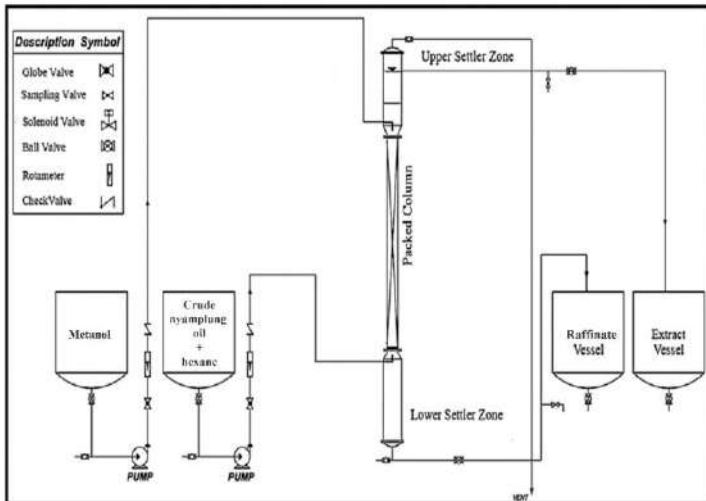
III.4.2. Alat Penelitian

Alat yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah:

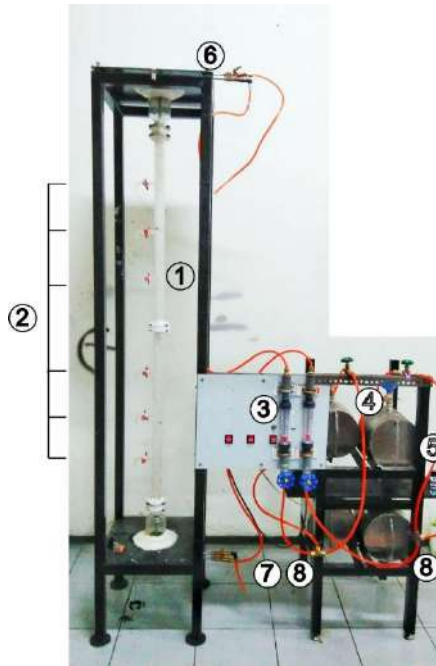
1. Seperangkat alat *countercurrent liquid-liquid extraction*
2. Seperangkat alat *rotary vacuum evaporator*
3. Gelas ukur
4. Erlenmeyer
5. Termometer
6. *Hot plate*
7. Kondensor *liebig*
8. Labu alas bulat
9. Neraca analitik
10. Pipet tetes
11. Pipet ukur
12. Karet penghisap
13. *Gas Chromatograph*

III.4.3. Skema Alat Penelitian

Skema alat *Continuous Countercurrent Extraction* dan Seperangkat alat ekstraksi *Packed Column* ditunjukkan pada Gambar III.1. Dan Gambar III.2.



Gambar III.1 Skema Alat *Continuous Countercurrent Extraction*



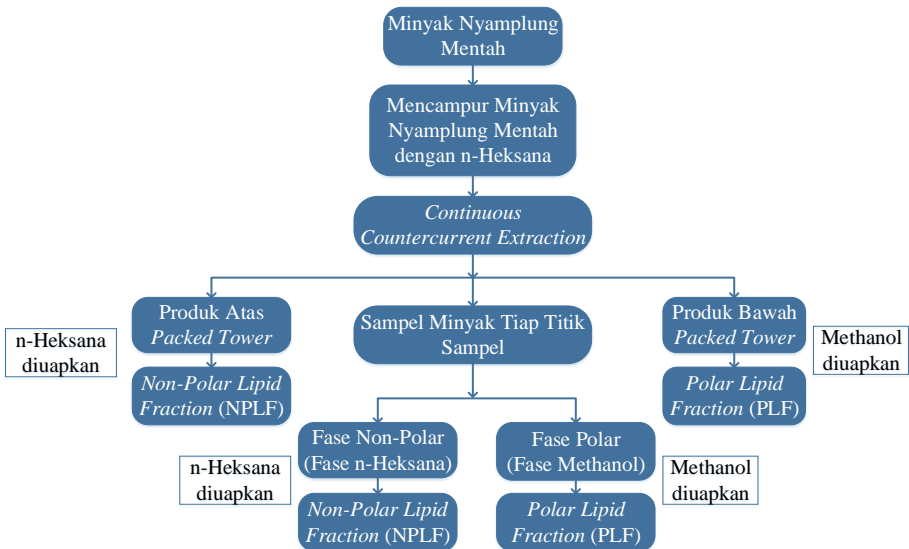
Gambar III.2 Seperangkat Alat Ekstraksi *Packed Column*

Keterangan bagian alat ekstraksi *packed column*:

1. Kolom Ekstraksi
2. Titik sampel 1-6
3. Rotameter
4. *Storage Tank*
5. Pompa
6. *Upper inflow-outflow*
7. *Bottom inflow-outflow*
8. *Bypass*

III.5 Diagram Alir Penelitian

Skema tahapan ekstraksi minyak nyamplung yang dilakukan dalam penelitian ini ditunjukkan pada Gambar III.3



Gambar III.3 Skema Tahapan Ekstraksi Minyak Nyamplung

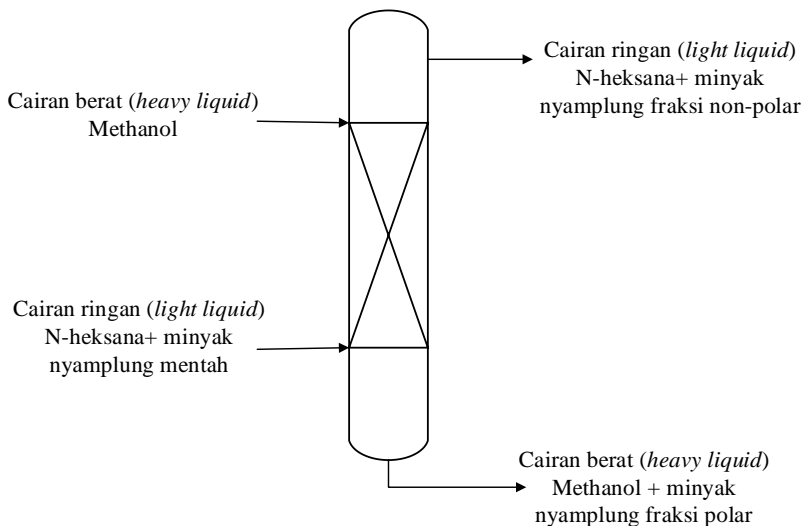
III.6 Prosedur Penelitian

III.6.1. Ekstraksi Minyak Nyamplung dengan *Continuous Countercurrent Extraction*

Metode ini dilakukan sebagai alternatif metode saponifikasi, *degumming*, dan *bleaching* dan metode *multistage batchwise extraction* yang telah dilakukan oleh Aparamarta dkk. (2016). Pada metode ini digunakan *packed tower* dengan aliran masuk berupa cairan berat (*heavy liquid*) dan cairan ringan (*light liquid*) yang didasarkan pada perbedaan massa jenis. Aliran masuk cairan berat (*heavy liquid*) merupakan metanol (ME) dan cairan ringan (*light liquid*) merupakan *crude* minyak nyamplung dan n-heksana (HE). Aliran keluar berupa ekstrak dan raffinate, ekstrak merupakan metanol dan minyak nyamplung yang terdistribusi pada metanol, sedangkan raffinate adalah n-heksana dan minyak nyamplung yang terdistribusi pada n-heksana. Aliran ekstrak akan

keluar melalui dasar kolom dan aliran raffinate keluar melalui atas kolom. Skema aliran packed tower ditunjukkan pada Gambar III. 4. Fraksi *raffinate* kemudian dikumpulkan dan diuapkan untuk mendapat fNPLF, sedangkan fraksi *extract* juga dilakukan hal yang sama untuk mendapat PLF. Selain itu, diambil sampel dari tiap titik sampel. Tiap sampel kemudian dipisahkan fase polar dan non-polar. Setelah itu, masing-masing fase sampel diuapkan untuk mendapatkan NPLF dan PLF tiap titik sampel.

Pada tahap ini dilakukan proses *continuous countercurrent extraction* yang bertujuan untuk lebih memurnikan minyak yang terbawa pelarut nonpolar dengan membuang pengotor-pengotor yang terkandung dalam ekstrak yang lebih bersifat polar dibandingkan dengan kepolaran NPLF yang diharapkan menggunakan pelarut polar. Analisa proses ekstraksi ini menggunakan methanol sebagai pelarut polar dan n-heksana sebagai pelarut non-polar. Produk yang diharapkan bersifat nonpolar yang terikut dalam n-heksana. Ekstraksi dilakukan dengan laju alir (*N-Hexane*+Minyak):*Methanol* dalam 1/jam (LPH). Produk hasil ekstraksi dianalisa kandungan TAG secara kualitatif dengan menggunakan TLC dan secara kuantitatif menggunakan GC, sedangkan NPLF dari tiap titik sampel dianalisa secara kuantitatif menggunakan GC.



Gambar III.4 Skema Aliran *Packed Tower*

III.6.2. Analisa Kualitatif Menggunakan *Thin Layer Chromatography* (TLC)

Analisa kualitatif kandungan TG dalam minyak nyamplung digunakan TLC *plate*. Kertas TLC mula-mula ditetesi oleh sampel dan direndam dalam *mobile phase* dengan kadar hexane:etil asetat:asam asetat sebesar 90:10:1 (v/v/v) (Gunawan dkk, 2006). Pada saat perendaman tidak diperkenankan tinggi *mobile phase* melebihi area yang telah ditentukan pada kertas TLC. Perendaman dengan *mobile phase* dilakukan dalam botol tertutup rapat dan kertas TLC dikeringkan pada suhu ruang. Pada pembacaan di kertas TLC menggunakan lampu UV, yaitu dengan cara menyinari kertas TLC yang telah direndam dalam *mobile phase* menggunakan lampu UV gelombang 264 nm.

III.6.3. Analisa Kuantitatif Menggunakan Gas Chromatographys

Kandungan TAG dan FFA dalam NPLF minyak nyamplung dianalisa menggunakan gas chromatography dengan minyak nabati sebagai larutan standardnya karena komponen utama yang menyusun minyak nabati adalah TAG (Lee, dkk., 2015). Analisa kuantitatif dilakukan pada gas chromatography yang dilengkapi dengan *flame ionization detector*. Separasi dilakukan dengan DB-5HT (5%-phenyl)-methylpolysiloxane non-polar *column* (15m x 0,32mm i.d.; dengan ketebalan film 0,1 μ m). Temperatur injektor dan detector diatur pada suhu 370°C. Temperatur kolom dimulai pada 80°C meningkat menuju 305°C dengan laju 15°C/menit, lalu menuju 335°C dengan laju 5°C/menit dan dijaga pada suhu 335°C selama 5 menit. Selanjutnya, temperature kolom ditingkatkan menuju 365°C dengan laju 15°C/menit. *Split rasio* 1:50 menggunakan nitrogen sebagai *carrier gas* dengan laju linier 30 cm/s pada 80°C. Sampel sebanyak 20 mg dilarutkan dalam 1mL etil asetat, dan 1 μ L sampel diambil dan diinjeksikan ke dalam GC (Gunawan dkk, 2008).

BAB IV

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh laju alir, pengaruh ratio pelarut dan minyak nyamplung pada feed terhadap kandungan trigliserida (TAG) dan asam lemak bebas (FFA) pada NPLF minyak nyamplung, serta mengetahui kandungan trigliserida (TAG) dan asam lemak bebas (FFA) pada NPLF minyak nyamplung di tiap-tiap titik sampel pada alat *continuous countercurrent extraction*. Diharapkan hasil ekstraksi minyak nyamplung dapat diperuntukkan di bidang pangan maupun kesehatan sebagai *edible oil*. Dalam penelitian ini akan dipelajari proses pemisahan dan pemurnian trigliserida dengan metode *continuous countercurrent extraction* untuk memisahkan raffinate sebagai fraksi non-polar dan ekstrak sebagai fraksi polar. Pelarut yang digunakan adalah *n-hexane* dan *methanol*. Kemudian raffinate dan ekstrak diuapkan dengan *rotary vacuum evaporator* untuk memisahkan NPLF (*Non Polar Lipid fraction*) dan PLF (*Polar Lipid fraction*) dengan pelarut. Kemudian NPLF dan PLF akan dianalisa dengan metode TLC (*Thin Layer Chromatography*) dan GC (*Gas Chromatography*).

Crude minyak nyamplung berwarna hijau gelap dan berfase cair pada suhu ruang. Letak geografis dan iklim berpengaruh pada perbedaan komposisi minyak nyamplung (Atabani, dkk. 2014). Kandungan tertinggi dari minyak nyamplung adalah trigliserida dengan komposisi minyak nyamplung pada tabel IV.1 berikut.

Tabel IV.1 Persentase Kemurnian Pada Tiap Komponen Minyak Nyamplung

Komponen	% Kemurnian		
	Minyak Nyamplung ^a	Minyak Nyamplung ^b	Minyak Nyamplung ^c
Trigliserida	76,70	78,30	63,91
Digliserida	7,00	5,35	4,66
Monogliserida	0,10	2,75	12,25
Asam lemak bebas	5,10	8,51	15,76
Lain-lain	11,10	5,09	3,42

diadaptasi dari : (a) Hathurusingha dkk., 2011;

(b) Aparamarta dkk., 2016;

(c) Analisa kuantitatif dengan GC pada penelitian ini.

IV.1. Uji Kelarutan dan Penetapan Variabel

Dalam proses *Liquid-liquid Extraction* (LLE) pemilihan pelarut yang tepat merupakan variabel penting untuk mengoptimalkan pemisahan dan pemurnian komponen yang diinginkan. Nilai polaritas dan kelarutan yang dimiliki dari senyawa yang akan diekstraksi perlu diperhatikan dalam menentukan pelarut yang tepat, demikian halnya pengaruh dua faktor tersebut antar pelarut.

Tabel IV.2 Kelarutan *n-Hexane* dalam *Methanol* Pada Suhu 29°C

<i>n-Hexane</i> (ml)	<i>Methanol</i> (ml)	Keterangan
3,5	10	Larut sempurna
3,7	10	Larut sempurna, tepat sebelum terbentuk layer <i>n-hexane</i> Kelarutan: 37 ml <i>n-hexane</i> /100 ml <i>methanol</i>
10	10	Terbentuk layer 6 ml <i>n-hexane</i> Kelarutan: 40 ml <i>n-hexane</i> /100 ml <i>methanol</i>
10	13	Terbentuk layer 5 ml <i>n-hexane</i> Kelarutan: 38,46 ml <i>n-hexane</i> /100 ml <i>methanol</i>
10	15	Terbentuk layer 4 ml <i>n-hexane</i> Kelarutan: 40 ml <i>n-hexane</i> /100 ml <i>methanol</i>
15	15	Terbentuk layer 9 ml <i>n-hexane</i> Kelarutan: 40 ml <i>n-hexane</i> /100 ml <i>methanol</i>
Kelarutan, ml <i>n-Hexane</i> /100 ml <i>Methanol</i> , pada suhu 29°C		39,09 ± 1,35

Metode ekstraksi dengan *packed column* ini menggunakan dua jenis pelarut, yakni *n-hexane* dan *methanol*. Penggunaan dua pelarut ini dipilih berdasarkan indeks polaritasnya, *methanol* dengan indeks polaritas 5,1 yang merupakan senyawa agak polar dan *n-hexane* dengan indeks polaritas 0 yang merupakan senyawa non polar (Sadek, 2002). Pemilihan dua pelarut dengan indeks polaritas berbeda bertujuan agar senyawa polar dalam *crude* minyak nyamplung terlarut dalam *methanol* dan senyawa non polar terlarut dalam *n-hexane*.

Parameter lain yang perlu diperhatikan dari penggunaan pelarut *n-hexane* dan *methanol* adalah kelarutan pelarut *n-hexane* dalam *methanol*. Hal ini digunakan untuk menjadi dasar pemilihan rasio laju alir untuk proses ekstraksi. Menurut Kiser, kelarutan *n-hexane* dalam *methanol* pada suhu 25°C adalah 60,4 gram (39,86 ml) *n-hexane* per 100 ml *methanol*. Tabel VI.2 menunjukkan kelarutan *n-hexane* dalam *methanol* pada suhu 29°C yang didapatkan dengan pengamatan lapisan (*layer*) yang terbentuk setelah menambahkan sejumlah *methanol* ke sejumlah *n-hexane*, sehingga didapatkan kelarutan *n-hexane* dalam *methanol* adalah 39,06 ml *n-hexane* per 100 ml *methanol*.

Dari uji kelarutan yang telah dilakukan, didapatkan rasio laju alir minimal *n-hexane:methanol* adalah 1:2,5. Pada ratio tersebut, *n-hexane* telah mewakili laju alir *n-hexane* dan *crude* minyak nyamplung. Pada penelitian terdahulu oleh Aparamarta dkk. (2016), digunakan rasio pelarut *n-hexane:methanol* 3:1 untuk 1 *stage* dengan penambahan *methanol* dengan jumlah yang sama hingga 8 *stage*. Untuk rasio pelarut *n-hexane:methanol* yang sama yaitu 3:1, dengan *scale up* jumlah penambahan *methanol* 8 *stage* dalam sekali waktu, Amarullah dan Syifalia (2017) pada penelitiannya menetapkan total rasio *n-hexane:methanol* menjadi 3:8. Kemudian ditetapkan rasio massa yang digunakan untuk total pelarut:minyak sebanyak 5:1, berdasarkan hasil terbaik dari penelitian Aparamarta dkk. (2016).

Pada penelitian ini, digunakan rasio pelarut *n-hexane:methanol* sebanyak 3:10. Rasio massa yang digunakan untuk total pelarut:minyak divariasikan menjadi 4 variabel yaitu 4:1, 5:1, 6:1, dan 7:1. Total pelarut yang digunakan lebih banyak dari massa minyak karena peluang komponen TAG yang terekstrak melalui kontak dengan pelarut, diperluas dengan meningkatkan jumlah pelarut dan peningkatan dihentikan setelah ekuilibrium tercapai (Tan dkk., 2011). Senyawa TAG terdiri dari gliserol dengan gugus hidroksilnya yang teresterifikasi dengan asam lemak (AOCS, 2011). Kemudian didapatkan rasio laju alir (*n-hexane + oil*) : *methanol* berkisar antara 1:2,5 hingga 1:3. Sehingga rasio laju

alir (*n-hexane + oil*) : *methanol* divariasikan menjadi 3 variabel yaitu 6:12,5; 6:15; 6:20 lph (*liter per hours*), yang disesuaikan dengan kapasitas rotameter yang tersedia.

IV.2. Konstruksi Alat

Proses ekstraksi cair-cair berlangsung pada suatu alat yang dirancang sedemikian rupa sehingga mempunyai luas permukaan yang mencukupi untuk terjadinya kontak antar fasa-fasa yang terlibat sehingga distribusi komposisi dalam kedua fasa menjadi lebih sempurna dan berhasil dengan baik (Ariono dkk, 2006). Pada proses ekstraksi minyak nyamplung dengan metode *continuous countercurrent extraction* digunakan *packed column* sebagai alat utama. Material kolom berupa kaca dengan *raschig ring glass* berada di dalam kolom. Pemilihan kaca sebagai material kolom dan packing dikarenakan bahan kaca tidak bereaksi dengan fluida yang diproses, baik yang berupa gas maupun cairan.

Packed column yang digunakan pada penelitian ini dirancang dengan mempertimbangkan sifat-sifat dari *dispersed phase* (*n-hexane* dan minyak) dan *continuous phase* (*methanol*), seperti laju alir, massa jenis, viskositas, dan *interfacial tension*. Selain itu juga mempertimbangkan properti *random packing* dan korelasi *flooding*.



Gambar IV.1 *Raschig Glass Packing*

Kolom ekstraksi (ditunjukkan dengan angka 1 pada Gambar III.2) memiliki dimensi ketinggian 166 cm, diameter 4 cm, dan volume 1,7 liter. Pada penentuan diameter kolom, perlu diperhatikan faktor *flooding* akan terjadi dengan mengacu terhadap *flowrate* maksimum dari proses ekstraksi. Dalam hal ini ditentukan *flooding* sebesar 70% dengan *flowrate* metanol 0.0666 l/menit dan *flowrate* n-heksana + *crude* nyamplung sebesar 0.285 l/menit. *Packing* yang digunakan berupa *raschig glass* dengan diameter *packing* sebesar 0,3 inch dan panjang 1 inch berfungsi untuk meningkat nilai turbulensi pada proses ekstraksi agar mencapai kondisi transfer massa yang optimal (Amarullah dan Syifalia, 2017).

Pada alat ekstraksi *packed column* yang digunakan terdapat 6 (enam) titik sampel di ketinggian tertentu. Titik sampel (ditunjukkan dengan angka 2 pada Gambar III.2) berfungsi sebagai aliran keluar campuran fluida yang nantinya akan dianalisa komponen yang terkandung di dalamnya. Jarak antar titik sampel sebesar 17,5 cm sehingga bisa digunakan untuk mengevaluasi ketinggian optimal dari kolom ekstraksi. Laju alir yang digunakan sebagai variabel bebas dari penelitian ini diatur menggunakan *speed regulator* dan rotameter (ditunjukkan dengan angka 3 pada Gambar III.2). Rotameter terdiri dari tabung terbuat dari PVC dan indikator pembacanya terbuat dari plastik, memiliki kapasitas 6 – 100 lph (*liter per hours*). Laju alir pada penelitian ini juga dipengaruhi oleh penggunaan pompa (ditunjukkan dengan angka 6 pada Gambar III.2). Pompa yang digunakan adalah *torach fuel pump* berkapasitas 1300 cc (*1,3 liter per minutes*). Untuk memperkecil dan menyesuaikan laju alir dengan variabel yang ditetapkan, alat ini juga dilengkapi dengan sistem *bypass* yang dapat diatur menggunakan *globe valve*.

IV.3. Continuous Countercurrent Extraction

Penelitian ini dimulai dengan mempersiapkan bahan berupa *crude* minyak nyamplung, *n-hexane* teknis, dan *methanol*

teknis. *Crude* minyak nyamplung dilarutkan dengan *n-hexane* dengan perbandingan massa tertentu sesuai dengan variable yang ditetapkan sebagai *dispersed phase* yang akan dialirkan melalui bawah kolom. Sedangkan *methanol* sebagai *continuous phase* dialirkan melalui atas kolom.

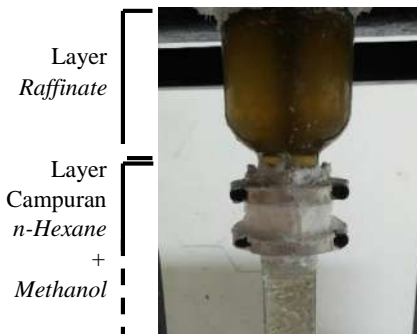
Langkah awal yang dilakukan dalam menggunakan alat *packed column* tersebut adalah sebagai berikut:

1. Memastikan alat sudah terangkai dengan susunan yang sesuai
2. Memastikan komponen elektrik sudah tersambung ke sumber listrik
3. Mengisi *feed storage* sesuai keterangan
4. Memastikan *valve feed* atas, *feed* bawah, *raffinate* (produk atas) *full opened*, dan *valve extract* (produk atas) tertutup
5. Membuka semua kran titik sampel
6. Menyalakan *switch* listrik utama
7. Menyalakan pompa dan mengatur *flowrate* untuk masing-masing aliran *feed* dengan cara mengatur rotameter dan *speed regulator* serta *globe valve* pada sistem *bypass*.
8. Menutup kran titik sampel bila sudah mendekati level ketinggian kran tersebut
9. Melakukan proses *continuous countercurrent extraction* hingga mulai keluar *raffinate*
10. Membuka kecil *valve extract* (disesuaikan supaya *flowrate extract* tidak lebih besar dari *flowrate total feed*)
11. Menampung *raffinate*, *extract*, dan sampel dari tiap-tiap titik sampel
12. Mematikan *switch* pompa dan listrik utama
13. Melakukan *drain out*.

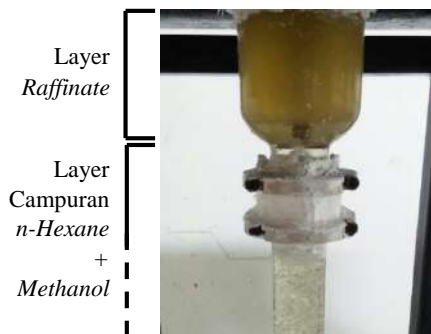
Sebelum mengambil sampel baik di titik sampel, *raffinate*, maupun *extract* harus dipastikan bahwa proses tersebut sudah berjalan secara *steady state* dengan pendekatan pengukuran *outflow* yang stabil. Pengambilan sampel di masing-masing titik sampel dilakukan secara berurutan dari titik sampel paling atas hingga paling bawah, hal ini bertujuan untuk menghindari turunnya

fluida di titik sampel atas saat titik sampel bagian bawah dibuka. Untuk membuktikan bahwa proses sudah berjalan secara *steady state* dilakukan *sampling* produk *raffinate* dan *extract* setiap selang waktu 1 menit sebanyak 2 – 3 kali *sampling*.

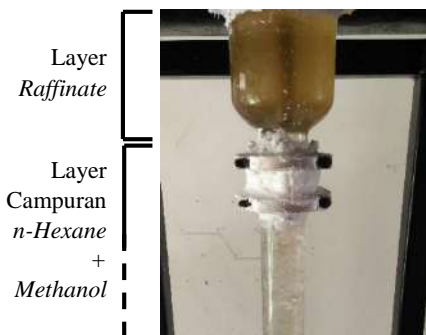
Dalam proses ekstraksi secara *continous* menggunakan *packed column*, kondisi operasi perlu diatur sedemikian rupa agar tercapai kondisi produk optimal. Proses transfer massa terjadi sepanjang *packing* yang memberikan permukaan kontak yang lebih luas antara fluida yang diproses (Treybal, 1951). Campuran *crude* nyamplung dan *n-hexane* dari aliran bawah akan berkontak maksimal dengan *methanol* sebagai fase kontiyu dari aliran atas di area *packing* yang menyebabkan komponen polar, seperti *free fatty acid*, terlarut dan berdifusi ke pelarut *methanol*, turun ke bagian bawah kolom karena densitas yang lebih berat. Sebaliknya komponen non-polar, seperti trigliserida, akan terlarut di pelarut *n-hexane* dan naik ke bagian atas kolom karena densitas yang lebih ringan. Pada ekstraksi *crude* minyak nyamplung ini diperlukan ruang tinggal untuk kedua lapisan terpisah sempurna, dan hal ini terjadi pada bagian *upper* dan *lower zone* dari kolom ekstraksi. Penentuan *flowrate n-hexane + oil* dan *methanol* yang dipertimbangkan berdasarkan kelarutannya perlu dilakukan, agar layer *raffinate* dan campuran *n-hexane + methanol + crude* minyak nyamplung, tepat terbentuk sebelum memenuhi *upper zone* dan *overflow*. Kemudian dalam hal penyiapan campuran *n-hexane* dan minyak nyamplung, untuk variable rasio massa pelarut:minyak 4:1 maka rasio massa *n-hexane* : minyak nyamplung menjadi 3:1, untuk variable 5:1 menjadi 15:4, untuk variable 6:1 menjadi 9:2, dan untuk variable 7:1 menjadi 21:4.



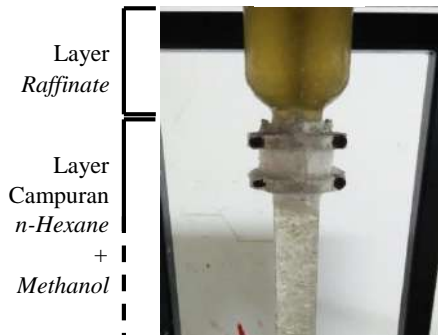
(a)



(b)



(c)

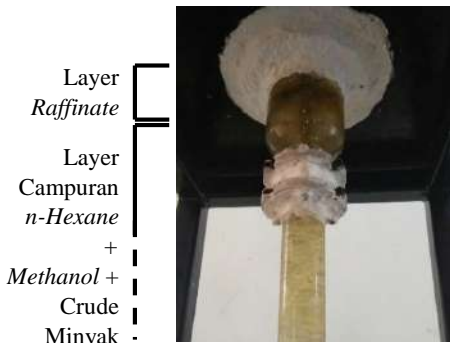


(d)

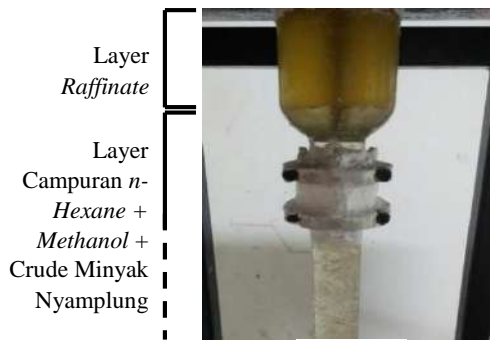
Gambar IV.2 Pembentukan Layer pada *Upper Zone* untuk Variable *Flowrate n-Hexane+Oil : Methanol* = 6:12,5 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = (a) 4:1, (b) 5:1, (c) 6:1, (d) 7: 1

Pembentukan layer pada *upper zone* tepat sebelum *overflow*, pada gambar IV.2.a untuk variable *flowrate* (*n-hexane+oil*) : *methanol* = 6:12,5 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 4:1, menunjukkan layer *raffinate* yang berwarna kuning gelap terbentuk setinggi 10,5 cm memenuhi seluruh *upper zone*. Untuk variable *flowrate* (*n-hexane+oil*) : *methanol* = 6:12,5 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 5:1 pada gambar

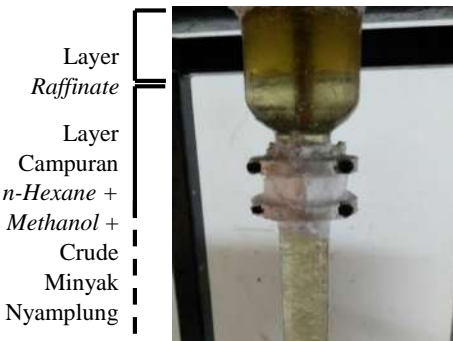
IV.2.b menunjukkan layer *raffinate* yang berwarna kuning terang terbentuk setinggi 10 cm. Pada gambar IV.2.c untuk variable *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:12,5 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 6:1, menunjukkan layer *raffinate* yang berwarna kuning terbentuk setinggi 10,1 cm. Untuk variable *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:12,5 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1 pada gambar IV.2.d menunjukkan layer *raffinate* yang berwarna kuning pucat terbentuk setinggi 10,5 cm memenuhi seluruh *upper zone*. Sedangkan untuk keempat variabel tersebut, layer campuran *n-hexane* yang terlarut dalam *methanol* terbentuk di sepanjang *packing*.



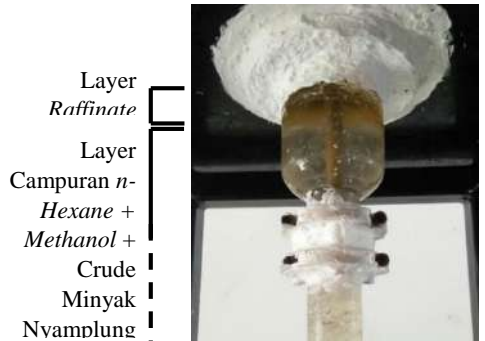
(a)



(b)



(c)



(d)

Gambar IV.3 Pembentukan Layer pada *Upper Zone* untuk Variable *Flowrate n-Hexane+Oil : Methanol* = 6:15 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = (a) 4:1, (b) 5:1, (c) 6:1, (d) 7:1

Pada gambar IV.3.a untuk variable *flowrate* (*n-hexane+oil*) : *methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 4:1, menunjukkan layer *raffinate* yang berwarna kuning terbentuk setinggi 7,1 cm. Untuk variable *flowrate* (*n-hexane+oil*) : *methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 5:1 pada gambar IV.3.b menunjukkan *raffinate* yang berwarna kuning terbentuk setinggi 8 cm. Pada gambar

IV.3.c untuk variable *flowrate* (*n-hexane+oil*) : *methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 6:1, menunjukkan layer *raffinate* yang berwarna kuning terang terbentuk setinggi 5,8 cm. Untuk variable *flowrate* (*n-hexane+oil*) : *methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1 pada gambar IV.3.d menunjukkan layer *raffinate* yang berwarna kuning terbentuk setinggi 3,2 cm. Sedangkan untuk keempat variabel tersebut, layer campuran *methanol* + *n-hexane* + *crude* minyak nyamplung terbentuk di sepanjang *packing*.

Campuran
n-Hexane +
Methanol



(a)

Campuran
n-Hexane +
Methanol



(b)

Campuran
n-Hexane +
Methanol



(c)

Campuran
n-Hexane +
Methanol +
Crude
Minyak
Nyamplung



(d)

Gambar IV.4 Pembentukan Layer pada *Upper Zone* untuk Variable *Flowrate n-Hexane+Oil : Methanol* = 6:20 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = (a) 4:1, (b) 5:1, (c) 6:1, (d) 7:1

Pada variable *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:20 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 4:1, variable *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:20 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 5:1, serta variable *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:20 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 6:1, tidak terjadi pembentukan layer *raffinate* pada *upper zone* seperti pada gambar IV.4.a-c dan campuran *n*-

hexane yang terlarut dalam *methanol* terbentuk di sepanjang *packing*. Untuk variable *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:20 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1 seperti pada gambar IV.4.d, tidak terjadi pembentukan layer *raffinate* pada *upper zone* dan campuran *methanol + n-hexane + crude* minyak nyamplung terbentuk di sepanjang *packing*.

Pengisian *packed column* dengan volume 1,7 liter hingga *overflow* membutuhkan waktu yang berbeda-beda tiap variabel. Selang waktu tersebut biasa disebut *retention time* (τ), yang ditunjukkan pada tabel IV.3.

Tabel IV.3 *Retention Time Proses Continuous Countercurrent Extraction*

<i>Run</i>	Rasio massa total pelarut : <i>crude oil</i>	<i>Flowrate n-hexane + crude oil (LPH)</i>	<i>Flowrate metanol (LPH)</i>	τ (min)
1	4:1	6	12,5	4,20
2	4:1	6	15	4,01
3	4:1	6	20	2,42
4	5:1	6	12,5	4,01
5	5:1	6	15	3,72
6	5:1	6	20	2,19
7	6:1	6	12,5	3,72
8	6:1	6	15	3,28
9	6:1	6	20	2,09
10	7:1	6	12,5	3,05
11	7:1	6	15	2,81
12	7:1	6	20	1,91

Pada penelitian ini dilakukan pengambilan sampel pada keenam titik sampel *packed column* untuk variabel *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 6:1, variabel *flowrate (n-hexane+oil) : methanol*

= 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1, serta variabel *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:20 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1. Pemilihan ketiga variabel tersebut dilakukan berdasarkan hipotesis kemungkinan variabel yang paling berpengaruh untuk mendapatkan hasil yang optimal.

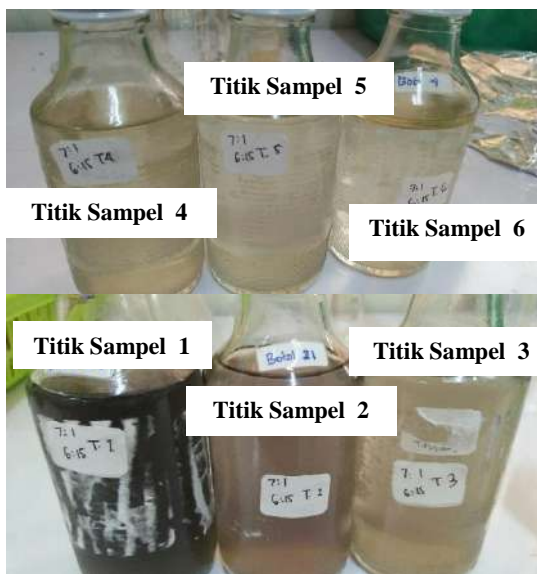


Gambar IV.5 Hasil Pengambilan Titik Sampel untuk Variable *Flowrate n-Hexane+Oil : Methanol* = 6:15 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 6:1

Pada variabel *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 6:1, titik sampel 1 sampai dengan 5 tidak terbentuk layer pada sampel. Kemudian dilakukan uji kelarutan menggunakan corong pemisah dengan menambahkan 25 ml *methanol* dan 50 ml *n-hexane* pada kelima

titik sampel tersebut. Setelah penambahan 25 ml *methanol*, tidak ada perubahan yang terjadi karena sampel dan *methanol* saling larut. Layer terbentuk setelah penambahan 50 ml *n-hexane*. Sehingga dapat disimpulkan titik sampel 1 sampai dengan 5 merupakan fraksi polar karena saling larut terhadap *methanol*. Begitupun pada titik sampel lain yang tidak terbentuk layer, dilakukan uji kelarutan untuk mengetahui sampel tersebut merupakan fraksi polar atau non-polar. Pada titik sampel 6 terbentuk 2 layer yang secara fisik dapat disimpulkan bahwa layer atas yang berwarna kuning adalah fraksi non-polar dan layer bawah adalah fraksi polar, seperti pada gambar IV.5.

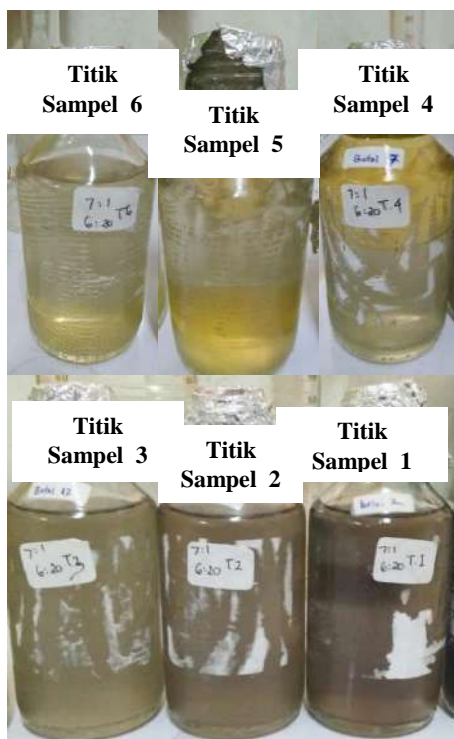
Pada variabel *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1, tidak terbentuk layer pada semua titik sampel seperti pada gambar IV.6. Dan setelah dilakukan uji kelarutan, kesemuanya merupakan fraksi polar.



Gambar IV.6 Hasil Pengambilan Titik Sampel untuk Variable *Flowrate n-Hexane+Oil : Methanol* = 6:15 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 7:1

Pada variabel *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:20 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1, titik sampel 1 sampai dengan 3 tidak terbentuk layer pada sampel. Setelah dilakukan uji kelarutan, ketiga titik sampel tersebut merupakan fraksi polar. Dan pada titik sampel 4 sampai dengan 6 terbentuk 2 layer, seperti pada gambar IV.7. Pada titik sampel 4, layer atas yang berwarna kuning adalah fraksi non-polar dan layer bawah adalah fraksi polar. Titik sampel 5 dan 6 mengalami anomali, karena fraksi non-polar terbentuk di layer bawah berwarna kuning terang. Lazimnya fraksi non-polar yang terdiri dari NPLF dan *n-hexane* berada di layer atas karena pengaruh densitas. *Methanol* memiliki densitas yang lebih besar daripada campuran NPLF dan

n-hexane. Titik kesetimbangan terjadi ketika *methanol* dan *n-hexane* tidak dapat lagi melarutkan PLF dan NPLF (Tan dkk., 2011). Pada titik sampel 4, 5, dan 6 untuk variabel ini dimungkinkan terjadi titik kesetimbangan tersebut, sehingga dengan jumlah *methanol* yang terus bertambah dalam laju alir yang cukup besar pada *packed column*, *n-hexane* yang telah melarutkan NPLF terlarut dalam *methanol*. Campuran *n-hexane* dan *methanol* terbentuk di layer atas karena pengaruh densitas *n-hexane* yang relatif kecil, dan menyebabkan NPLF berada di layer bawah.



Gambar IV.7 Hasil Pengambilan Titik Sampel untuk Variable *Flowrate n-Hexane+Oil : Methanol* = 6:20 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 7:1

Layer-layer yang terbentuk pada titik-titik sampel kemudian dipisahkan. Setelah itu dilakukan penguapan menggunakan *rotary vacuum evaporator* untuk memisahkan NPLF dan PLF dengan pelarut pada keseluruhan sampel. Langkah penelitian dilanjutkan dengan analisa kualitatif menggunakan TLC, serta analisa kuantitatif menggunakan GC dan neraca analitik untuk mengetahui kemurnian dan yield komponen minyak hasil ekstraksi.

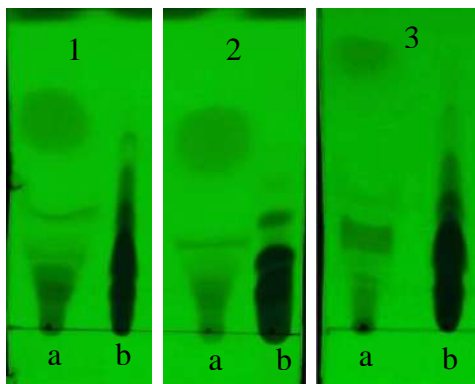
IV.4 Analisa Kualitatif Hasil Ekstraksi

Analisa kualitatif komponen pada NPLF dan PLF hasil penguapan diidentifikasi dengan *Thin Layer Chromatography* (TLC) dan dibandingkan dengan *crude oil*. TLC dapat digunakan untuk memisahkan berbagai senyawa seperti ion-ion organik, kompleks senyawa-senyawa organik dengan anorganik, dan senyawa-senyawa organik baik yang terdapat di alam dan senyawa-senyawa organik sintetik (Adnan,1997). Identifikasi senyawa pada NPLF dan PLF dilakukan dengan menotolkan sampel dan larutan standar ke kertas TLC dan kemudian melihat hasil spot sampel dengan lampu UV. Larutan standar yang digunakan adalah minyak nabati, karena komponen utama yang menyusun minyak nabati adalah TAG (Lee, dkk., 2015). Pada penelitian ini digunakan panjang gelombang 264 nm karena spot dari senyawa-senyawa yang terdapat dalam NPLF dan PLF terlihat jelas dengan warna spot kehijauan.

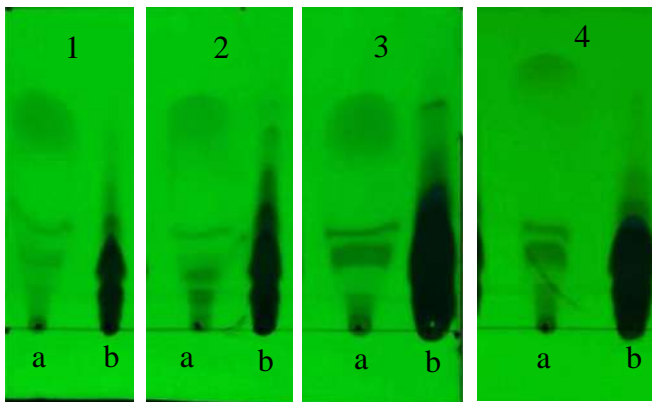


Gambar IV.8. Hasil TLC (a) standar, (b) crude minyak nyamplung, (c) NPLF dan (d) PLF laju alir (*N-hexane*+minyak) : *methanol* = 6:12,5 LPH dengan rasio massa total pelarut:minyak= 4:1.

Mobile phase yang digunakan adalah perbandingan antara *N-hexane*: etil asetat: asam asetat sebesar 90:10:1, v/v/v. Hasil analisa TLC pada larutan standar ditunjukkan seperti pada gambar **Gambar IV.8 (a)**, TAG pada minyak nabati merupakan senyawa nonpolar karena mudah terlarut pada *mobile phase* selama pemisahan.

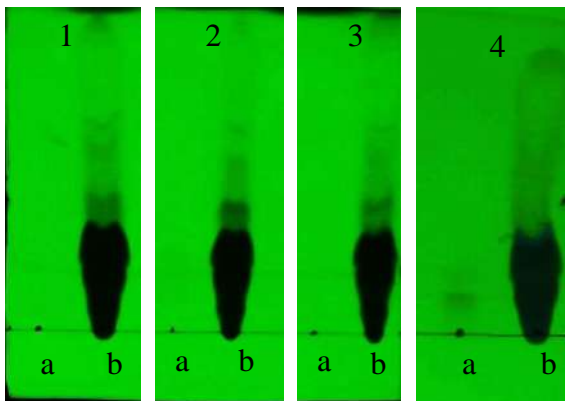


Gambar IV.9. Hasil TLC laju alir (*N-hexane*+minyak) :
methanol=6:12,5 LPH (1) Varibel rasio massa total
 pelarut:minyak= 5:1 ,(2) Varibel rasio massa total
 pelarut:minyak= 6:1; (3) Varibel rasio massa total
 pelarut:minyak= 7:1; (a) NPLF dan (b) PLF



Gambar IV.10. Hasil TLC laju alir (*N-hexane*+minyak) :
methanol= 6:15 LPH (1) Varibel rasio massa total
 pelarut:minyak= 4:1; (2) Varibel rasio massa total
 pelarut:minyak= 5:1 ,(3) Varibel rasio massa total

pelarut:minyak=6:1; (4) Variabel rasio massa total pelarut:minyak =7:1; (a) NPLF dan (b) PLF



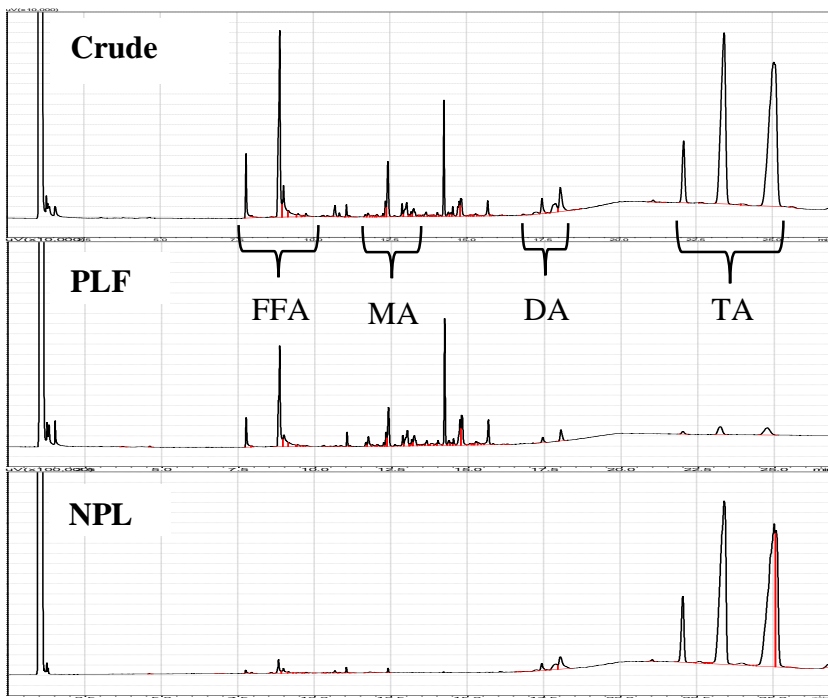
Gambar IV.11. Hasil TLC laju alir (*N-hexane*+minyak) : *methanol*= 6:20 LPH (1) Variabel rasio massa total pelarut:minyak= 4:1 (2) Variabel rasio massa total pelarut:minyak= 5:1 ,(3) Variabel rasio massa total pelarut:minyak= 6:1 ; ,(4) Variabel rasio massa total pelarut:minyak= 7:1 (a) NPLF dan (b) PLF

Berdasarkan pada **Gambar IV.8 (c)**, **Gambar IV.9 (a)**, **Gambar IV.10 (a)** , terdapat satu spot yang sama dengan larutan standar yaitu TAG pada sampel NPLF hasil ekstraksi minyak nyamplung dengan lampu UV 254 nm. Sehingga dapat diindikasikan bahwa terdapat TAG yang terpisah di fraksi NPLF. Pada NPLF variabel dengan laju alir (*N-hexane*+minyak) : *methanol*= 6:20 LPH tidak ditemukan spot TAG, hal ini ditunjukkan pada **Gambar IV.11 (a)**. Sampel tersebut telah dikonfirmasi dengan hasil analisa GC dan tidak ditemukan *peak* TAG pada variabel tersebut. Untuk senyawa polar pada sampel PLF dan crude, seperti DAG, FFA, MAG dan *gum* yang telah dijelaskan oleh Aparamarta,dkk (2016) , terserap secara kuat pada *silica gel* di plat TLC (Gunawan, dkk, 2008). Hal tersebut terlihat

dengan terdapatnya spot tebal yang tertahan di bawah jika dibandingkan dengan NPLF.

IV.5. Analisa Kuantitatif Hasil Ekstraksi

Analisa kuantitatif untuk hasil pemisahan dan pemurnian NPLF pada *raffinate* dilakukan menggunakan GC-FID (*Gas Chromatography – Flame Ionization Detector*) dan perhitungan neraca analitik. Sampel *crude* minyak nyamping, NPLF pada *raffinate*, dan PLF pada *extract*, masing-masing 20 mg dilarutkan dengan 1 ml etil asetat, dan 1 μ l dari sampel diinjeksikan pada kolom DB-5HT GC-FID.



Gambar IV.12. Respon Analisa GC terhadap Sampel Hasil Penelitan

Respon dari sampel yang diinjeksikan berupa luas area dari tiap *peak* komponen yang muncul pada *retention time* tertentu. Menurut Aparamarta dkk. (2016), *peak* pelarut etil asetat muncul pada *retention time* \pm 0,5 hingga 2,5 menit, *peak* FFA muncul pada 7,5 hingga 10 menit, *peak* MAG muncul pada 12,25 hingga 15 menit, *peak* DAG muncul pada 16,5 hingga 18,5 menit, dan *peak* TAG muncul pada 22 hingga 26,5 menit, seperti pada gambar IV.12.

Pada variable *flowrate* (*n-hexane+oil*) : *methanol* = 6:12,5 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 4:1, didapatkan persentase kandungan TAG dan FFA, serta yield NPLF pada *raffinate* sebesar 81,83% dan 11,94%, serta 63,88% seperti pada tabel IV.4.

Tabel IV.4. Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada *Raffinate* untuk Variabel *Flowrate* (*n-Hexane+Oil*) : *Methanol* = 6:12,5 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 4:1

% Kandungan	Sampel 1	Sampel 2	Rata-rata		
TAG	82.98	80.68	81.83	\pm	1.63
DAG	2.72	3.64	3.18	\pm	0.65
MAG	0.93	1.23	1.08	\pm	0.21
FFA	10.50	13.39	11.94	\pm	2.04
Lain-lain	2.88	1.07	1.97	\pm	1.28
% Yield	72.06	55.71	63.88	\pm	11.56

Pada variable *flowrate* (*n-hexane+oil*) : *methanol* = 6:12,5 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 5:1, didapatkan persentase kandungan TAG dan FFA, serta yield NPLF pada *raffinate* sebesar 82,13% dan 8,74%, serta 45,51% seperti pada tabel IV.5.

Tabel IV.5. Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada *Raffinate* untuk Variabel *Flowrate (n-Hexane+Oil) : Methanol = 6:12,5 liter/jam* dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 5:1

% Kandungan	Sampel 1	Sampel 2	Rata-rata		
TAG	80.69	83.58	82.13	±	2.04
DAG	5.58	5.52	5.55	±	0.04
MAG	0.32	0.49	0.40	±	0.12
FFA	9.14	8.34	8.74	±	0.56
Lain-lain	4.28	2.08	3.18	±	1.56
% Yield	67.71	29.31	48.51	±	27.15

Pada variable *flowrate (n-hexane+oil) : methanol = 6:12,5 liter/jam* dan rasio massa total pelarut : minyak = 6:1, didapatkan persentase kandungan TAG dan FFA, serta yield NPLF pada *raffinate* sebesar 92,11% dan 2,35%, serta 87,43% seperti pada tabel IV.6.

Tabel IV.6. Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada *Raffinate* untuk Variabel *Flowrate (n-Hexane+Oil) : Methanol = 6:12,5 liter/jam* dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 6:1

% Kandungan	Sampel 1	Sampel 2	Rata-rata		
TAG	92.35	91.86	92.11	±	0.34
DAG	3.54	3.85	3.69	±	0.22
MAG	0.20	0.24	0.22	±	0.03
FFA	2.24	2.46	2.35	±	0.16
Lain-lain	1.68	1.60	1.64	±	0.06
% Yield	81.02	93.85	87.43	±	9.07

Pada variable *flowrate (n-hexane+oil) : methanol = 6:12,5 liter/jam* dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1, didapatkan persentase kandungan TAG dan FFA, serta yield NPLF pada

raffinate sebesar 85,59% dan 7,00%, serta 55,69% seperti pada tabel IV.7.

Tabel IV.7. Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada *Raffinate* untuk Variabel *Flowrate (n-Hexane+Oil) : Methanol = 6:12,5 liter/jam* dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 7:1

% Kandungan	Sampel 1	Sampel 2	Rata-rata		
TAG	84.83	86.35	85.59	±	1.08
DAG	4.35	4.08	4.22	±	0.19
MAG	0.47	0.43	0.45	±	0.03
FFA	7.34	6.65	7.00	±	0.49
Lain-lain	3.01	2.49	2.75	±	0.37
% Yield	51.72	59.66	55.69	±	5.61

Pada variable *flowrate (n-hexane+oil) : methanol = 6:15 liter/jam* dan rasio massa total pelarut : minyak = 4:1, didapatkan persentase kandungan TAG dan FFA, serta yield NPLF pada *raffinate* sebesar 87,68% dan 4,87%, serta 84,70% seperti pada tabel IV.8.

Tabel IV.8. Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada *Raffinate* untuk Variabel *Flowrate (n-Hexane+Oil) : Methanol = 6:15 liter/jam* dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 4:1

% Kandungan	Sampel 1	Sampel 2	Rata-rata		
TAG	89.31	86.06	87.68	±	2.30
DAG	5.50	5.06	5.28	±	0.32
MAG	0.36	0.37	0.36	±	0.01
FFA	3.76	5.98	4.87	±	1.57
Lain-lain	1.07	2.53	1.80	±	1.03
% Yield	79.28	90.12	84.70	±	7.67

Pada variable *flowrate (n-hexane+oil) : methanol = 6:15 liter/jam* dan rasio massa total pelarut : minyak = 5:1, didapatkan persentase kandungan TAG dan FFA, serta yield NPLF pada

raffinate sebesar 88,12% dan 3,99%, serta 64,51% seperti pada tabel IV.9.

Tabel IV.9. Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada *Raffinate* untuk Variabel *Flowrate (n-Hexane+Oil) : Methanol = 6:15 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 5:1*

% Kandungan	Sampel 1	Sampel 2	Rata-rata		
TAG	86.56	89.67	88.12	±	2.20
DAG	5.63	9.23	7.43	±	2.54
MAG	0.27	0.31	0.29	±	0.02
FFA	4.41	3.58	3.99	±	0.59
Lain-lain	3.13	0.00	1.57	±	2.21
% Yield	62.43	66.58	64.51	±	2.93

Pada variable *flowrate (n-hexane+oil) : methanol = 6:15 liter/jam* dan rasio massa total pelarut : minyak = 6:1, didapatkan persentase kandungan TAG dan FFA, serta yield NPLF pada *raffinate* sebesar 92,85% dan 2,19%, serta 74,79% seperti pada tabel IV.10.

Tabel IV.10. Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada *Raffinate* untuk Variabel *Flowrate (n-Hexane+Oil) : Methanol = 6:15 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 6:1*

% Kandungan	Sampel 1	Sampel 2	Rata-rata		
TAG	93.05	92.65	92.85	±	0.28
DAG	3.72	4.06	3.89	±	0.24
MAG	0.00	0.00	0.00	±	0.00
FFA	1.96	2.42	2.19	±	0.33
Lain-lain	1.27	0.87	1.07	±	0.28
% Yield	72.43	77.16	74.79	±	3.34

Pada variable *flowrate (n-hexane+oil) : methanol = 6:15 liter/jam* dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1, didapatkan

persentase kandungan TAG dan FFA, serta yield NPLF pada *raffinate* sebesar 91,83% dan 3,06%, serta 74,01% seperti pada tabel IV.11.

Tabel IV.11. Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada *Raffinate* untuk Variabel *Flowrate (n-Hexane+Oil) : Methanol = 6:15 liter/jam* dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 7:1

% Kandungan	Sampel 1	Sampel 2	Rata-rata		
TAG	92.08	91.59	91.83	±	0.35
DAG	3.09	3.25	3.17	±	0.12
MAG	3.09	0.33	1.71	±	1.95
FFA	2.80	3.33	3.06	±	0.37
Lain-lain	0.00	1.50	0.75	±	1.06
% Yield	67.89	80.12	74.01	±	8.65

Pada variable *flowrate (n-hexane+oil) : methanol = 6:20 liter/jam* dan rasio massa total pelarut : minyak = 4:1, tidak didapatkan persentase kandungan TAG dan FFA, serta yield NPLF pada *raffinate* seperti pada tabel IV.12. Hal ini dikarenakan hanya campuran *n-hexane* dan *methanol* yang terbentuk di sepanjang *packing*. *Flowrate (n-hexane+oil) : methanol = 6:20 liter/jam* mengondisikan *methanol* mengisi *packed column* dalam jumlah yang besar secara kontinyu, sehingga *methanol* melarutkan *n-hexane*, sebelum NPLF terlarut dalam *n-hexane*. Kemudian pada variabel ini seluruh sampel habis teruapkan sehingga tidak didapatkan nilai yield.

Tabel IV.12. Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada *Raffinate* untuk Variabel *Flowrate (n-Hexane+Oil) : Methanol* = 6:20 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 4:1

% Kandungan	Sampel 1	Sampel 2	Rata-rata
TAG	N/D	N/D	N/D
DAG	N/D	N/D	N/D
MAG	N/D	N/D	N/D
FFA	N/D	N/D	N/D
Lain-lain	100	100	100
% Yield	N/D	N/D	N/D

Pada variable *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:20 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 5:1, didapatkan persentase kandungan TAG sebesar 8,56%, serta tidak didapatkan kandungan FFA dan nilai yield NPLF pada *raffinate* seperti pada tabel IV.13.

Tabel IV.13. Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada *Raffinate* untuk Variabel *Flowrate (n-Hexane+Oil) : Methanol* = 6:20 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 5:1

% Kandungan	Sampel 1	Sampel 2	Rata-rata		
TAG	8.56	8.56	8.56	±	0.00
DAG	6.06	6.06	6.06	±	0.00
MAG	N/D	N/D	N/D		
FFA	N/D	N/D	N/D		
Lain-lain	85.37	85.37	85.37	±	0.00
% Yield	N/D	N/D	N/D		

Pada variable *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:20 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 6:1, tidak didapatkan persentase kandungan TAG dan FFA, serta yield NPLF pada *raffinate* seperti pada tabel IV.14. Kondisi pada variabel ini

relatif sama dengan variable *flowrate* (*n-hexane+oil*) : *methanol* = 6:20 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 4:1.

Tabel IV.14. Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada *Raffinate* untuk Variabel *Flowrate* (*n-Hexane+Oil*) : *Methanol* = 6:20 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 6:1

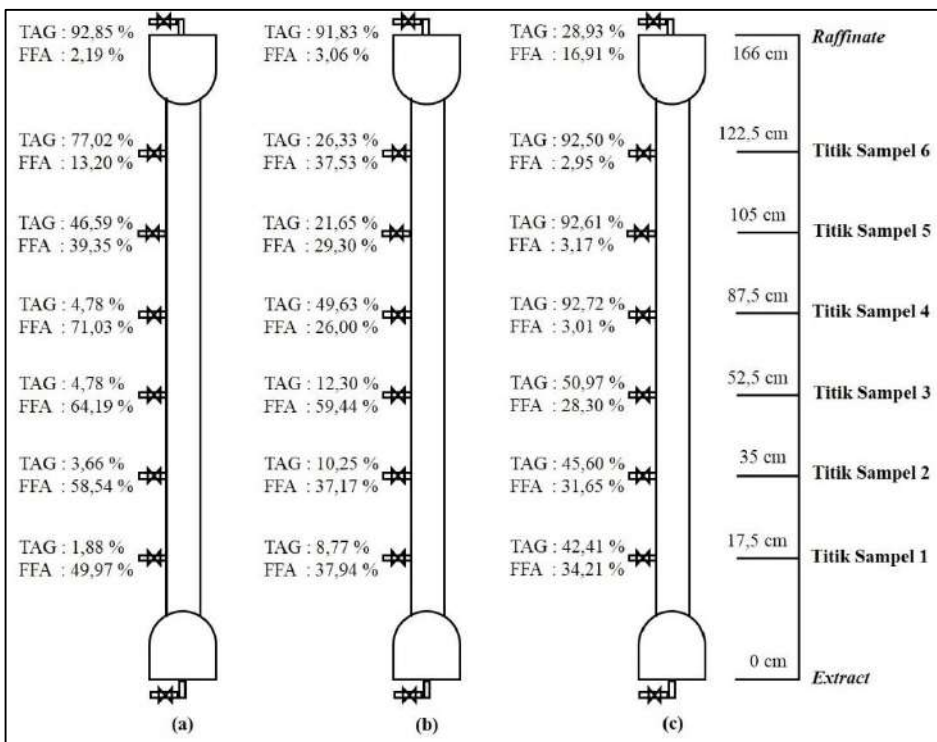
% Kandungan	Sampel 1	Sampel 2	Rata-rata
TAG	N/D	N/D	N/D
DAG	N/D	N/D	N/D
MAG	N/D	N/D	N/D
FFA	N/D	N/D	N/D
Lain-lain	100	100	100
% Yield	N/D	N/D	N/D

Pada variable *flowrate* (*n-hexane+oil*) : *methanol* = 6:20 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1, , didapatkan persentase kandungan TAG dan FFA sebesar 28,93% dan 16,91%, serta tidak didapatkan nilai yield NPLF pada *raffinate* seperti pada tabel IV.15. Campuran *n-hexane* + *methanol* + *crude* minyak nyamplung terbentuk di sepanjang *packing*. Kemudian pada variabel ini seluruh sampel habis teruapkan sehingga tidak didapatkan nilai yield.

Tabel IV.15. Persentase Kandungan dan Yield NPLF pada *Raffinate* untuk Variabel *Flowrate* (*n-Hexane+Oil*) : *Methanol* = 6:20 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 7:1

% Kandungan	Sampel 1	Sampel 2	Rata-rata		
TAG	33.33	24.53	28.93	±	6.22
DAG	6.37	9.89	8.13	±	2.49
MAG	2.37	3.12	2.75	±	0.53
FFA	20.23	13.60	16.91	±	4.69
Lain-lain	37.70	48.85	43.28	±	7.88
% Yield	N/D	N/D	N/D		

Kemudian dilakukan pula analisa kuantitatif menggunakan GC pada keenam titik sampel *packed column* untuk variabel *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 6:1, variabel *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1, serta variabel *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:20 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1.



Gambar IV.13. Visualisasi Hasil Ekstraksi dari Tiap-Tiap Titik Sampel pada *Packed Column*; (a) Variabel *Flowrate (n-Hexane+Oil) : Methanol* = 6:15 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 6:1, (b) Variabel *Flowrate (n-Hexane+Oil) : Methanol* = 6:15 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut :

Minyak = 7:1, (c) Variabel *Flowrate (n-Hexane+Oil) : Methanol* = 6:20 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 7:1

Pada variable *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 6:1, persentase kandungan TAG tertinggi sebesar 77,02% dan FFA terendah sebesar 13,20% terdapat pada titik sampel 6 dengan ketinggian 122,5 cm, seperti pada tabel IV.16. Pada variable *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1, persentase kandungan TAG tertinggi sebesar 49,63% dan FFA terendah sebesar 26,00% terdapat pada titik sampel 4 dengan ketinggian 87,5 cm, seperti pada tabel IV.17. Pada variable *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:20 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1, persentase kandungan TAG tertinggi sebesar 92,72% terdapat pada titik sampel 4 dengan ketinggian 87,5 cm dan FFA terendah sebesar 2,95% terdapat pada titik sampel 6 dengan ketinggian 122,5 cm, seperti pada tabel IV.18.

Tabel IV.16. Persentase Kandungan pada Titik Sampel untuk Variabel *Flowrate (n-Hexane+Oil) : Methanol* = 6:15 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 6:1

% Kandungan	T1	T2	T3	T4	T5	T6
TAG	1.88	3.66	4.78	4.78	46.59	77.02
DAG	3.66	4.83	5.37	3.82	6.50	6.65
MAG	36.24	26.68	20.76	13.04	3.87	0.60
FFA	49.87	58.54	64.19	71.03	39.35	13.20
Lain-lain	8.35	6.29	4.91	7.34	3.68	2.53

Tabel IV.17. Persentase Kandungan pada Titik Sampel untuk Variabel *Flowrate (n-Hexane+Oil) : Methanol* = 6:15 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 7:1

% Kandungan	T1	T2	T3	T4	T5	T6
TAG	8.77	10.25	12.30	49.63	21.65	26.33
DAG	6.04	7.58	10.35	9.72	11.92	12.38
MAG	32.39	23.11	2.28	2.39	1.94	1.95
FFA	37.94	37.17	59.44	26.00	29.30	37.53
Lain-lain	14.85	21.89	15.64	12.27	35.19	21.81

Tabel IV.18. Persentase Kandungan pada Titik Sampel untuk Variabel *Flowrate (n-Hexane+Oil) : Methanol* = 6:20 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 7:1

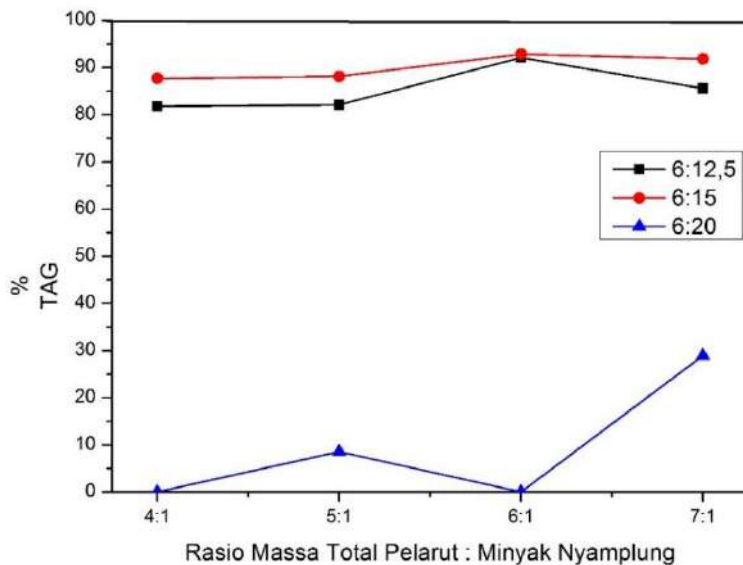
% Kandungan	T1	T2	T3	T4	T5	T6
TAG	42.41	45.60	50.97	92.72	92.61	92.50
DAG	9.27	9.67	9.46	2.81	2.71	3.05
MAG	10.35	9.74	8.58	0.31	0.37	0.35
FFA	34.21	31.65	28.30	3.01	3.17	2.95
Lain-lain	3.76	3.33	2.69	1.14	1.14	1.15

IV.6. Analisa Pengaruh Variabel terhadap Hasil Penelitian

Setelah melakukan serangkaian proses *continuous countercurrent extraction*, penguapan menggunakan *rotary vacuum evaporator*, analisa kualitatif menggunakan TLC, serta analisa kuantitatif menggunakan GC dan neraca analitik, langkah selanjutnya adalah melakukan interpretasi hasil dari tiap-tiap variabel untuk menjawab tujuan dari penelitian ini.

Variabel rasio massa total pelarut : minyak nyamplung yang paling berpengaruh adalah 6:1 karena menunjukkan hasil pemisahan dan pemurnian TAG pada *raffinate* yang paling signifikan. Hal ini membuktikan penelitian Tan, dkk. (2011), yang menyatakan bahwa total pelarut yang digunakan lebih banyak dari massa minyak karena peluang komponen TAG yang terekstrak melalui kontak dengan pelarut, diperluas dengan meningkatkan

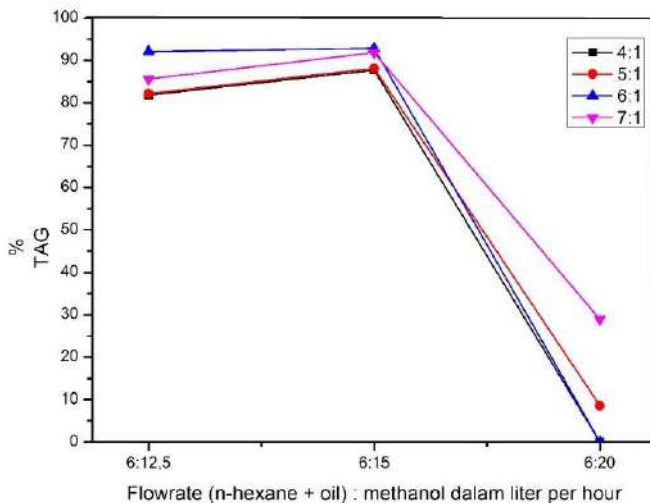
jumlah pelarut dan peningkatan dihentikan setelah ekuilibrium tercapai.



Gambar IV.14. Pengaruh Variabel Rasio Massa Total Pelarut : Minyak Nyamplung terhadap Persentase TAG pada *Raffinate*

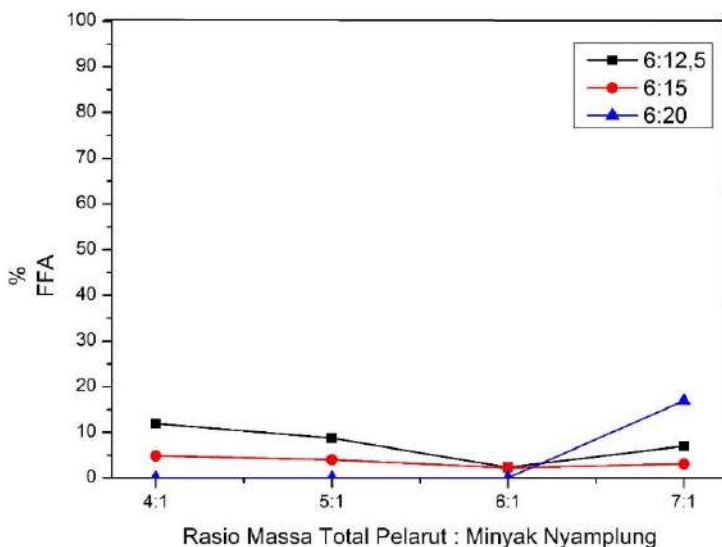
Hasil pemisahan dan pemurnian TAG naik secara signifikan pada variabel 4:1, 5:1, dan 6:1, kemudian menurun pada variabel 7:1. Kecuali pada variabel *flowrate* (*n-hexane* + *oil*) : *methanol* = 6:20 liter/jam, di mana tidak terbentuk layer NPLF dari *raffinate* pada *upper zone*, melainkan campuran *methanol* + *n-hexane* + minyak nyamplung di sepanjang *packing*. Sehingga dari dua variabel *flowrate* lainnya, didapatkan *upper zone* sebagai titik kesetimbangan (ekuilibrium) pada variabel rasio massa total pelarut : minyak nyamplung = 6:1, karena menunjukkan hasil pemisahan dan pemurnian TAG pada *raffinate* yang paling optimal seperti pada gambar IV.14.

Variabel *flowrate* (*n-hexane* + *oil*) : *methanol* yang paling berpengaruh adalah 6:15 liter/jam karena menunjukkan hasil pemisahan dan pemurnian TAG pada *raffinate* yang paling signifikan. Hal ini sesuai dengan penelitian Kiser (1961), mengenai penentuan rasio laju alir dengan mempertimbangkan kelarutan *n-hexane* terhadap *methanol* sebesar 39,86 ml *n-hexane* dalam 100 ml *methanol*. Hasil pemisahan dan pemurnian TAG naik secara signifikan pada variabel 6:12,5 liter/jam ke 6:15 liter/jam, kemudian menurun pada variabel 6:20 liter/jam. Sehingga didapatkan *upper zone* sebagai titik kesetimbangan (ekuilibrium) pada variabel *flowrate* (*n-hexane* + *oil*) : *methanol* = 6:15 liter/jam, karena menunjukkan hasil pemisahan dan pemurnian TAG pada *raffinate* yang paling optimal seperti pada gambar IV.15. Jika dikombinasikan, maka variabel yang memberikan hasil pemisahan dan pemurnian TAG pada *raffinate* yang paling optimal adalah kombinasi variabel *flowrate* (*n-hexane*+*oil*) : *methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 6:1.

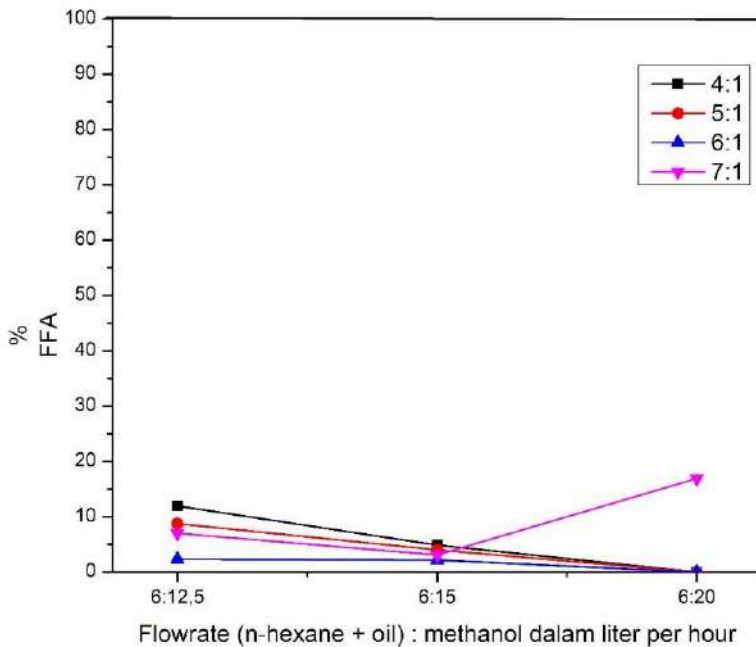


Gambar IV.15. Pengaruh Variabel *Flowrate* (*n-Hexane* + *Oil*) : *Methanol* terhadap Persentase TAG pada *Raffinate*

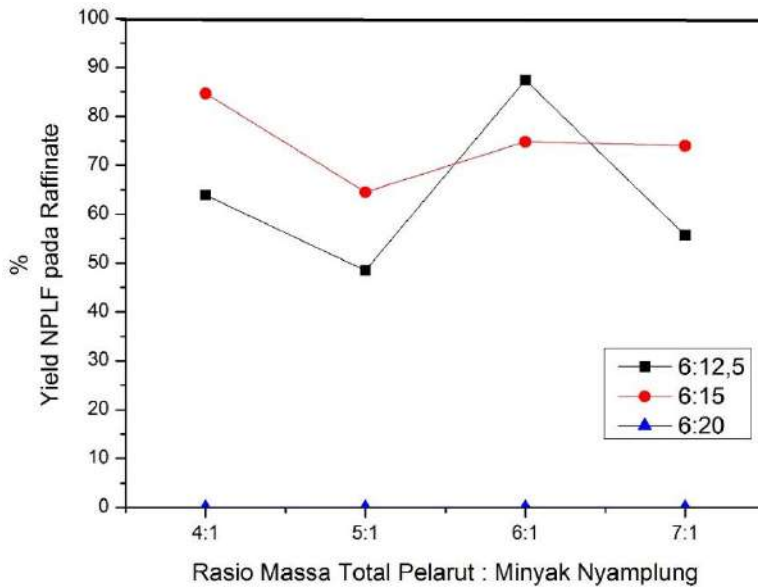
Sama seperti pada pemisahan dan pemurnian TAG, variabel rasio massa total pelarut : minyak nyamplung yang paling berpengaruh adalah 6:1, karena menunjukkan persentase FFA pada *raffinate* yang terendah, seperti pada gambar IV.16. Begitu pula pada variabel *flowrate* (*n-hexane* + *oil*) : *methanol* yang paling berpengaruh adalah 6:15 liter/jam karena menunjukkan persentase FFA pada *raffinate* yang terendah, seperti pada gambar IV.17. Jika dikombinasikan, maka variabel yang memberikan persentase FFA pada *raffinate* yang terendah adalah kombinasi variabel *flowrate* (*n-hexane*+*oil*) : *methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 6:1.



Gambar IV.16. Pengaruh Variabel Rasio Massa Total Pelarut : Minyak Nyamplung terhadap Persentase FFA pada *Raffinate*

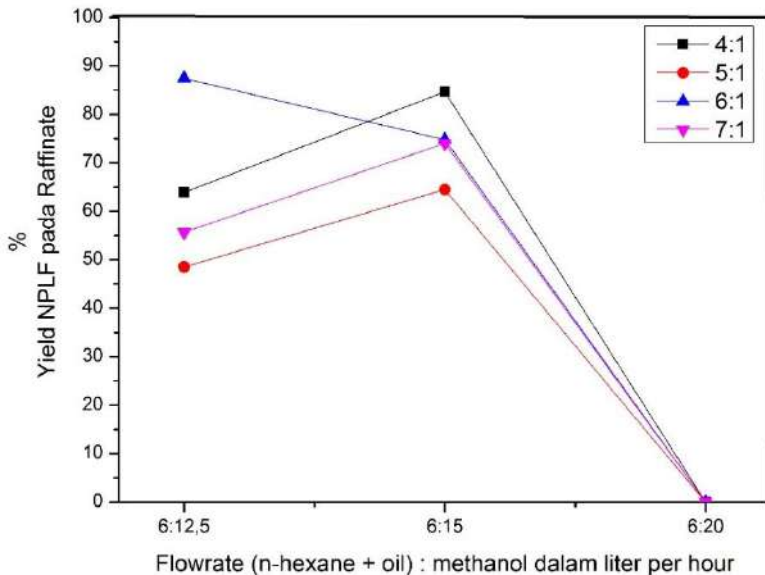


Gambar IV.17. Pengaruh Variabel *Flowrate (n-Hexane + Oil) : Methanol* terhadap Persentase FFA pada *Raffinate*



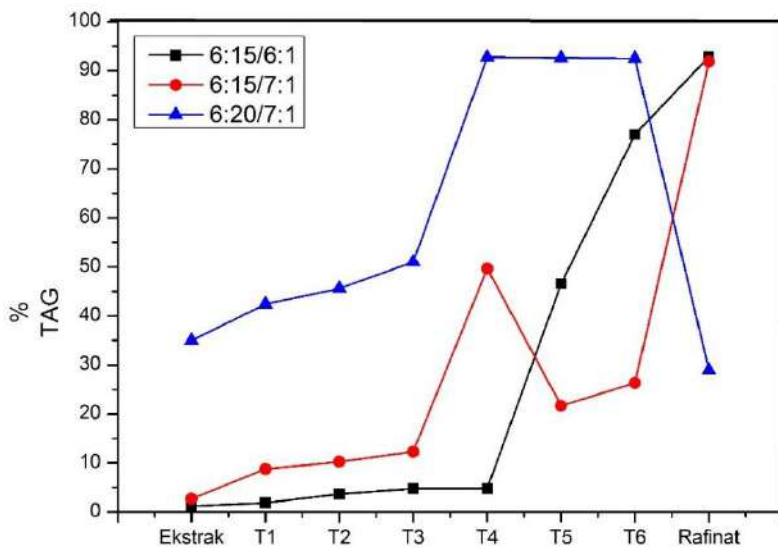
Gambar IV.18. Pengaruh Variabel Rasio Massa Total Pelarut : Minyak Nyamplung terhadap Persentase Yield NPLF pada *Raffinate*

Variabel rasio massa total pelarut : minyak nyamplung menunjukkan persentase yield NPLF pada *raffinate* yang fluktuatif, seperti pada gambar IV.18.

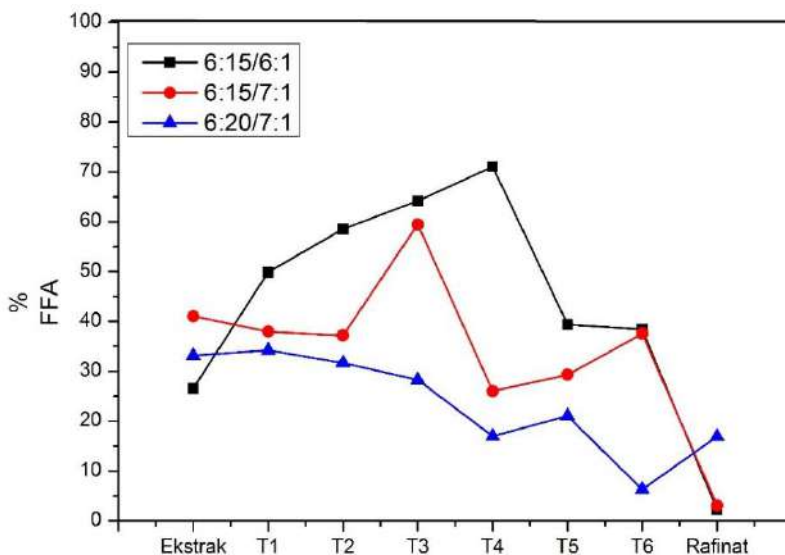


Gambar IV.19. Pengaruh Variabel *Flowrate (n-Hexane + Oil) : Methanol* terhadap Persentase Yield NPLF pada *Raffinate*

Begitu pula pada variabel *flowrate (n-hexane + oil) : methanol*, seperti pada gambar IV.19. variabel *flowrate (n-hexane + oil) : methanol* = 6:15 liter/jam menunjukkan nilai yield NPLF pada *raffinate* yang optimal. Namun terjadi anomali pada variabel rasio total pelarut : minyak = 6:1. Sehingga tidak dapat disimpulkan pengaruh yang signifikan terhadap persentase yield NPLF pada *raffinate* dari kedua jenis variabel ini.



Gambar IV.20. Persentase TAG pada Seluruh Titik Sampel
Packed Column



Gambar IV.21. Persentase FFA pada Seluruh Titik Sampel *Packed Column*

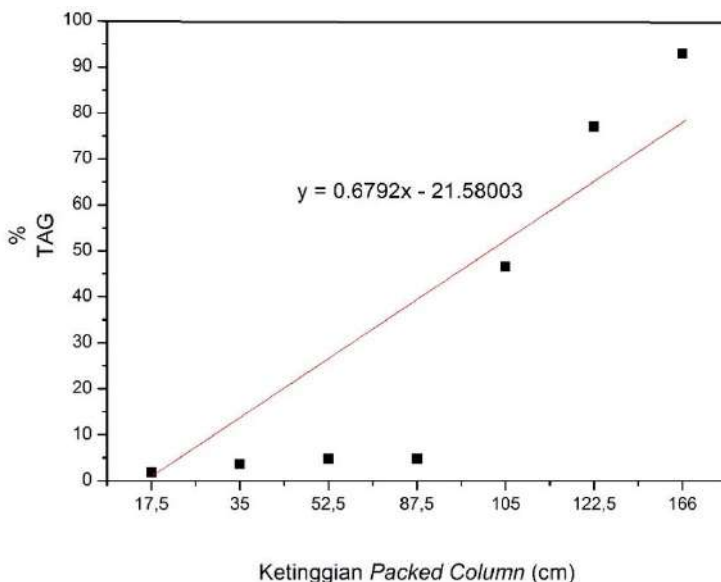
Persentase TAG tertinggi, seperti pada gambar IV.20, untuk variabel *flowrate* (*n-hexane+oil*) : *methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 6:1, didapatkan pada *raffinate*. Dan untuk variabel *flowrate* (*n-hexane+oil*) : *methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1, didapatkan persentase TAG tertinggi pada *raffinate*. Kemudian untuk variabel *flowrate* (*n-hexane+oil*) : *methanol* = 6:20 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1, didapatkan persentase TAG tertinggi pada titik sampel 4.

Persentase FFA terendah, seperti pada gambar IV.21, untuk variabel *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 6:1, didapatkan pada *raffinate*. Untuk variabel *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1, didapatkan persentase FFA terendah pada *raffinate*. Kemudian untuk variabel *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:20 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1, didapatkan persentase FFA terendah pada titik sampel 6. Dari ketiga kombinasi variabel yang dihipotesis memberikan hasil terbaik tersebut, didapatkan *raffinate* pada *upper zone* sebagai titik kesetimbangan untuk variabel *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 6:1, serta variabel *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1. Kemudian titik sampel 4,5, dan 6 adalah tiga kemungkinan titik kesetimbangan untuk variabel *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:20 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1, yang juga telah dibahas pada subbab IV.3.

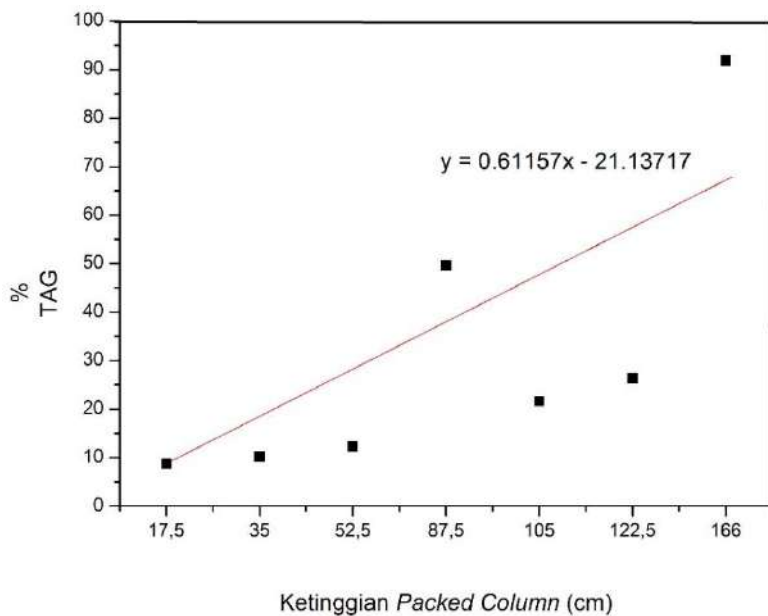
Hasil terbaik untuk persentase TAG tertinggi dan persentase FFA terendah, diperoleh dari *raffinate* pada variabel *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 6:1, sebesar 92,85% dan 2,19%. Hasil ini menunjukkan peningkatan dari penelitian sebelumnya oleh Amarullah dan Syifalia (2017), yang menggunakan variabel *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 0,12 : 0,24 liter/menit dan rasio massa total pelarut : minyak = 5:1 untuk mendapatkan NPLF pada *raffinate* dengan persentase TAG sebesar 91,34%.

Untuk mendapatkan hasil kandungan trigliserida yang lebih tinggi serta dapat menggantikan metode *batchwise eight-stage extraction* oleh Aparamarta, dkk. (2016) dengan kandungan trigliserida 98,53%, dapat dilakukan dua cara. Yang pertama yaitu menurunkan *flowrate* dari *(n-hexane+oil)* dan *methanol* dengan perbandingan yang sama, 1:2,5 hingga 1:3. Menurut Nasir (2009), waktu kontak antar fase lebih lama ketika dilakukan dengan

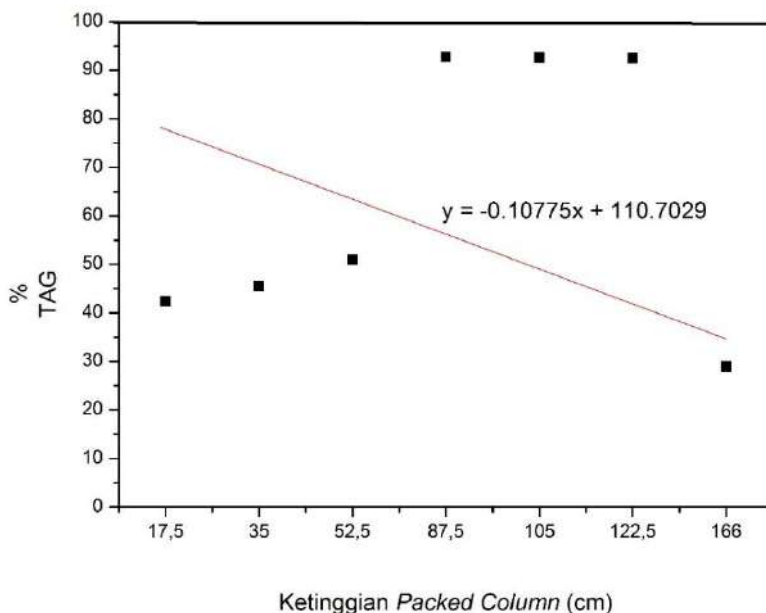
flowrate yang lebih kecil sehingga semakin banyak zat yang ikut terlarut pada pelarut. Yang kedua yaitu melakukan *scale up* dimensi alat dengan menambah tinggi kolom. Kemudian juga dapat diterapkan penempatan dan penggunaan diameter *packing* dengan perbandingan yang sesuai terhadap diameter kolom minimal 1 : 10. Fungsi utama dari *packing* adalah untuk meningkatkan panjang lintasan alir sehingga meningkatkan waktu tinggal dari fase turun (Rauber, 2004).



Gambar IV.22. Persentase TAG pada Beberapa Ketinggian *Packed Column* untuk Variabel *Flowrate* (*n-Hexane*+*Oil*) :
Methanol = 6:15 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut :
 Minyak = 6:1



Gambar IV.23. Persentase TAG pada Beberapa Ketinggian *Packed Column* untuk Variabel *Flowrate (n-Hexane+Oil)* :
Methanol = 6:15 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut :
 Minyak = 7:1



Gambar IV.24. Persentase TAG pada Beberapa Ketinggian *Packed Column* untuk Variabel *Flowrate (n-Hexane+Oil)* : *Methanol* = 6:20 liter/jam dan Rasio Massa Total Pelarut : Minyak = 7:1

Dari grafik ketinggian *packed column* terhadap persentase TAG pada gambar IV.22-24, didapatkan persamaan linear yang hampir sama untuk variabel *flowrate (n-hexane+oil)* : *methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 6:1 maupun variabel *flowrate (n-hexane+oil)* : *methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1. Berbeda dengan hasil dari variabel *flowrate (n-hexane+oil)* : *methanol* = 6:20 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1, yang memiliki persamaan linear dengan *slope* negatif. Sehingga, terdapat dua pilihan untuk *scale up* dimensi alat. Dengan variabel *flowrate (n-hexane+oil)* : *methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 6:1, untuk mendapatkan kemurnian TAG sebesar 98,53%, maka

dengan persamaan linear $y = 0.6792x - 21.58003$, dibutuhkan *packed column* dengan ketinggian 176,84 cm. Dengan variabel *flowrate (n-hexane+oil) : methanol* = 6:20 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 7:1, untuk mendapatkan kemurnian TAG sebesar 98,53%, maka dengan persamaan linear $y = -0.10775x + 110.7029$, dibutuhkan *packed column* dengan ketinggian 112,97 cm.

Tabel IV.19 Perbandingan Proses Pemisahan dan Pemurnian TAG

Parameter	<i>Stirred and Multistage Solvent Extraction</i>^a	<i>Continuous countercurrent extraction</i>^b
Waktu treatment	11-12 jam / stage	2-5 menit
Ruang Instalasi	Tidak membutuhkan tempat yang luas	Membutuhkan tempat yang luas
Pengoperasian	Relatif mudah	Relatif mudah
Waktu yang dibutuhkan untuk pengkonstruksian	Pengkontruksian cepat	Pengkontruksian lama
Biaya konstruksi	Relatif kecil	Relatif mahal
Solven yang dibutuhkan	Banyak	Banyak
Pemeliharaan	Mudah	Mudah

^a diadaptasi dari Gunawan dkk, 2013 dan Aparamarta dkk, 2016

^b diadaptasi dari Treybal,1951

Untuk memperoleh TAG minimal 98% dan FFA maksimal 0,3% dilakukan analisa perbandingan dengan metode yang sudah ada sebagai konsep proses terbaik. Dari data yang dijelaskan pada

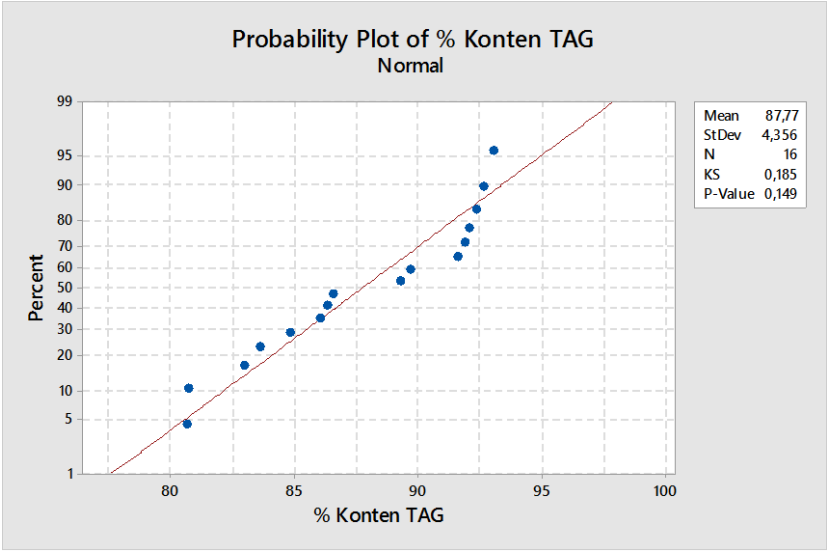
tabel IV.19, hasil analisa yang dikutip dari berbagai sumber dan dari percobaan *continuous countercurrent extraction* pada penelitian ini, dapat disimpulkan bahwa pemisahan dan pemurnian komponen dalam minyak nyamplung lebih cepat menggunakan *continuous countercurrent extraction*, karena persentase TAG yang didapatkan mencapai 92,85% dan FFA sebesar 2,19% dalam waktu 2-5 menit. Sedangkan untuk metode *Stirred and Multistage Solvent Extraction* untuk mencapai hasil tersebut membutuhkan waktu lebih lama dari *continuous countercurrent extraction*. Dengan proses yang kontinyu dan waktu *treatment* yang cepat, pengembangan dan penelitian lanjutan dari metode ini berpotensi diaplikasikan pada skala industri secara riil.

IV.7. Analisa Statistik Hasil Penelitian

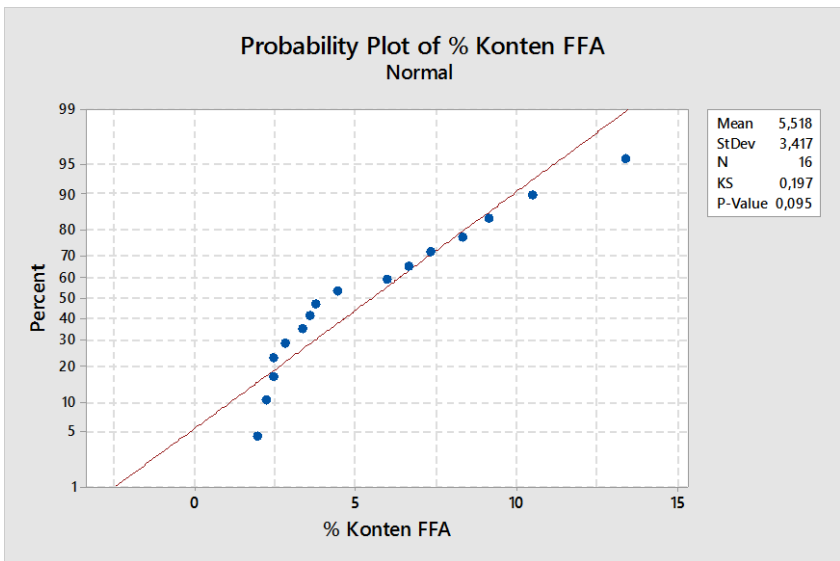
Dengan hasil yang didapatkan dari penelitian ini, maka untuk mengetahui variabel-variabel yang memiliki pengaruh paling signifikan dapat digunakan bantuan software minitab 18. Dengan mengetahui variabel yang memiliki pengaruh paling signifikan, maka akan semakin mudah untuk memaksimalkan variabel respon yang diinginkan. Dalam penentuan pengaruh variabel terhadap hasil penelitian berikut tidak dicantumkan hasil variabel untuk laju alir (n-hexane+minyak): metanol=6:20 LPH dikarenakan % konten TAG dan FFA bernilai 0.

Dari data yang didapatkan selama percobaan, dengan menggunakan software minitab 18, dilakukan uji normalitas terhadap data-data yang didapatkan. Uji normalitas bertujuan untuk menguji apakah dalam model regresi, variabel pengganggu atau residual memiliki distribusi normal (Ghozali, 2011). Distribusi normal akan membentuk satu garis lurus diagonal, dan plotting data residual akan dibandingkan dengan garis diagonal. Jika distribusi data residual normal, maka garis yang menggambarkan data sesungguhnya akan mengikuti garis diagonalnya (Ghozali, 2011). Pengujian normalitas distribusi data populasi dilakukan dengan menggunakan uji Kolmogorov Smirnov. Nilai Probability (p-value) digunakan untuk memeriksa

signifikansi dari setiap efek. Semakin kecil p-value, maka semakin signifikan pengaruhnya terhadap variabel respon (Sreekumar and Krishnan 2010). Jika nilai $p\text{-value} > 0,05$, maka data berdistribusi normal (Hariningtyas dan Aisyah, 2015). Dari ketiga jenis respon yang dihasilkan dilakukan uji normalitas menggunakan minitab yang menghasilkan hasil seperti gambar IV.25 dan IV.26.

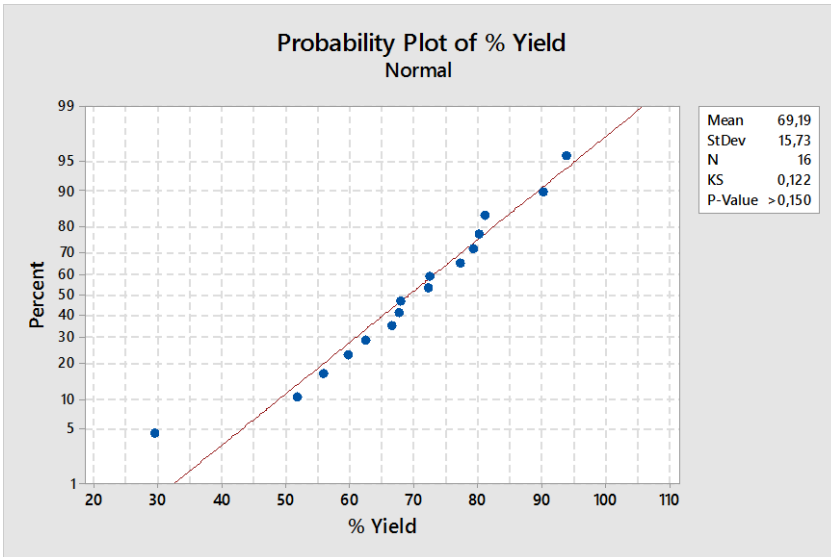


(a)



(b)

Gambar IV.25. Grafik Uji Normalitas Respon % Konten
Terhadap Variabel
(A) % Konten TAG; (B) %Konten FFA



Gambar IV.26 Grafik Uji Normalitas Respon % Yield Minyak Terhadap Variabel

Dari gambar IV.25 dan IV.26. diperoleh nilai P-Value untuk % konten TAG, % konten FFA dan % yield masing-masing sebesar 0,149; 0,095 dan >0,15. Sehingga dapat disimpulkan bahwa data yang didapatkan memiliki distribusi yang cukup normal. Berdasarkan P-Value dan grafik diatas, diketahui bahwa distribusi data pada % konten FFA memiliki titik yang lebih banyak menyimpang dari garis diagonal sehingga menyebabkan nilai P-Value nya semakin kecil.

Setelah menguji ke-normalan data-data yang dihasilkan pada percobaan, selanjutnya dengan menggunakan software yang sama dapat diketahui variabel-variabel yang memiliki pengaruh yang paling signifikan untuk setiap respon yang diberikan dengan menggunakan teknik Analysis of Variance (ANOVA). ANOVA adalah teknik statistika untuk memodelkan hubungan antara

sebuah variabel respon dan variabel bebas. Setelah menentukan variabel bebas dan variabel respon beserta levelnya, level setiap variabel diacak sehingga didapatkan masing-masing kondisi yang dirun untuk mendapatkan data. Dalam penelitian ini menggunakan 2 faktor, yaitu Ratio massa pelarut:minyak dan Laju alir. Level pada ratio massa pelarut:minyak ada 4 yaitu, 4:1;5:1;6:1 dan 7:1. Kemudian level pada Laju alir ada 2 yaitu 6:12,5 dan 6:15 LPH. Model eksperimen yang didapatkan dari ANOVA telah sesuai dengan apa yang di run. Data yang didapatkan dari eksperimen dimasukkan ke dalam model di ANOVA dan dilakukan analisa menggunakan General Linear Model. Sehingga didapatkan hasil seperti dalam Tabel IV.20. Dalam analisa ini, P-Value dapat diaplikasikan untuk mengetahui pengaruh variabel yang paling signifikan terhadap respon yang diberikan. Apabila nilai P-Value $< 0,05$, maka hal tersebut mengindikasikan bahwa variabel tersebut memiliki pengaruh yang signifikan (Montgomery, 2005).

Tabel IV.20. Hasil Running Permodelan pada Software Minitab

Run	Ratio massa pelarut:minyak	Flowrate	% Konten TAG	% Konten FFA	% Yield
1	4:1	6:12,5	82,9768	10,4958	72,0581
2	4:1	6:15	89,3076	3,7588	79,27545
3	5:1	6:12,5	80,6883	9,1351	67,71109
4	5:1	6:15	86,5615	4,4077	62,43431
5	6:1	6:12,5	92,3493	2,2369	81,01806
6	6:1	6:15	93,0474	1,9608	72,43183
7	7:1	6:12,5	84,83	7,3419	51,71881
8	7:1	6:15	92,0834	2,8025	67,89337
9	4:1	6:12,5	80,6758	13,3854	55,71185
10	4:1	6:15	86,0562	5,9798	90,11787
11	5:1	6:12,5	83,5756	8,3367	29,31242
12	5:1	6:15	89,6719	3,5781	66,57909
13	6:1	6:12,5	91,8628	2,4582	93,85069
14	6:1	6:15	92,6469	2,4247	77,15578
15	7:1	6:12,5	86,3505	6,6527	59,65528
16	7:1	6:15	91,585	3,3261	80,12033

Selain itu dibuat Pareto Plot of the standarized effects, untuk membandingkan signifikansi dari setiap respon. Grafik Pareto menampilkan secara grafis dari nilai absolut dari efek dan garis perpotongan pada batas nilai-t. Urutan bar yang ditampilkan berdasarkan besar efek, dimana nilai paling besar terletak paling atas. Setiap efek yang melebihi batas garis perpotongan memiliki efek yang signifikan terhadap respon (Sinha dan Arora, 2008).

Dari Tabel IV.21, menunjukkan bahwa P-value pada % konten TAG untuk variabel Ratio massa pelarut:minyak dan Laju alir sebesar 0,000. Untuk interaksi antara Ratio massa pelarut:minyak dan Laju alir, memiliki P-value sebesar 0,092, dimana P-value diatas 0,05. Sehingga dapat disimpulkan bahwa variabel Ratio massa pelarut:minyak dan Laju alir memiliki efek atau pengaruh yang signifikan terhadap respon % konten TAG,

sedangkan untuk Ratio massa pelarut:minyak dan Laju alir tidak memiliki pengaruh signifikan. Hal ini sesuai dengan Grafik Pareto yang ditampilkan pada Gambar IV.27 (a). Variabel Ratio massa pelarut:minyak dan Laju alir, secara statistika, tidak menunjukkan pengaruh yang signifikan. Sementara, variabel Laju alir menunjukkan pengaruh yang paling besar terhadap %konten TAG, kemudian diikuti oleh variabel ratio massa pelarut:minyak.

Tabel IV.22. menunjukkan bahwa P-value pada % konten FFA untuk variabel Ratio massa pelarut:minyak dan Laju alir sebesar 0,000. Untuk interaksi antara Ratio massa pelarut:minyak dan Laju alir, memiliki P-value sebesar 0,007. Ketiga variabel menunjukkan P-value kurang dari 0,05. Sehingga dapat disimpulkan bahwa variabel Ratio massa pelarut:minyak, Laju alir dan interaksi antara Ratio massa pelarut:minyak dan Laju alir memiliki efek atau pengaruh yang signifikan terhadap respon % konten FFA. Hal ini sesuai dengan Grafik Pareto yang ditampilkan pada Gambar IV.27 (b). Variabel Laju alir menunjukkan pengaruh yang paling besar, kemudian diikuti oleh variabel ratio massa pelarut:minyak dan interaksi antara Ratio massa pelarut:minyak dan Laju alir.

Tabel IV.23. menunjukkan bahwa P-value pada % yield minyak untuk variabel Ratio massa pelarut:minyak dan Laju alir sebesar 0,081 dan 0,113. Untuk interaksi antara Ratio massa pelarut:minyak dan Laju alir, memiliki P-value sebesar 0,240. Ketiga variabel menunjukkan P-value lebih dari 0,05. Sehingga dapat disimpulkan bahwa variabel Ratio massa pelarut:minyak, Laju alir dan interaksi antara Ratio massa pelarut:minyak dan Laju alir tidak memiliki efek atau pengaruh yang signifikan terhadap respon % konten FFA. Hal ini sesuai dengan Grafik Pareto yang ditampilkan pada Gambar IV.27 (c).

Tabel IV.21. ANOVA pengaruh variabel terhadap % konten

Source	DF	SS	MS	F-Value	P-Value
Ratio massa pelarut:minyak	3	156,54	52,180	22,67	0,000
Laju Alir	1	88,60	88,599	38,48	0,000
Ratio massa pelarut:minyak*Laju Alir	3	21,04	7,014	3,05	0,092
Error	8	18,42	2,302		
Total	15	284,60			
S=	1,52	R-Sq=	93,53%	R-Sq (adj)=	87,87%

TAG

DF= degrees of freedom, SS= Sum of squares, MS= mean square

Tabel IV.22. ANOVA pengaruh variabel terhadap % konten FFA

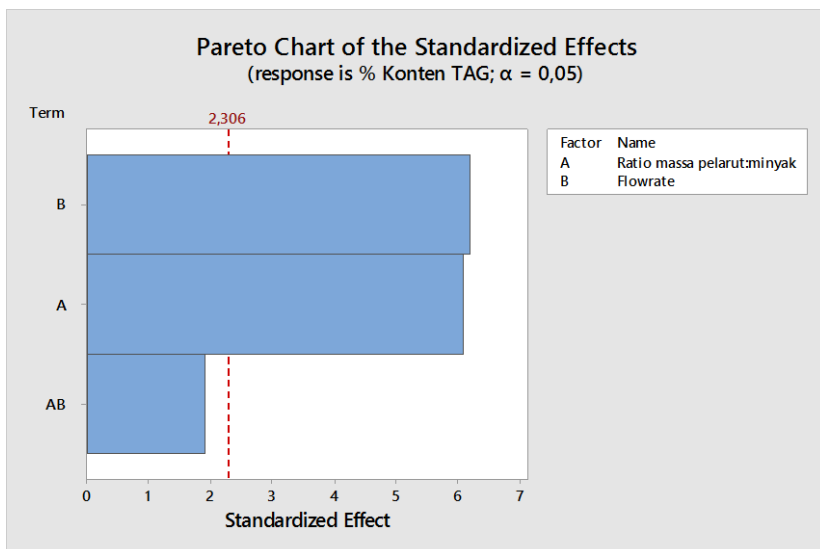
Source	DF	SS	MS	F-Value	P-Value
Ratio massa pelarut:minyak	3	79,347	26,4490	27,09	0,000
Laju Alir	1	63,219	63,2192	64,75	0,000
Ratio massa pelarut:minyak*Laju Alir	3	24,773	8,2575	8,46	0,007
Error	8	7,811	0,9764		
Total	15	175,150			
S=	0,99	R-Sq=	95,54%	R-Sq (adj)=	91,64%

DF= degrees of freedom, SS= Sum of squares, MS= mean square

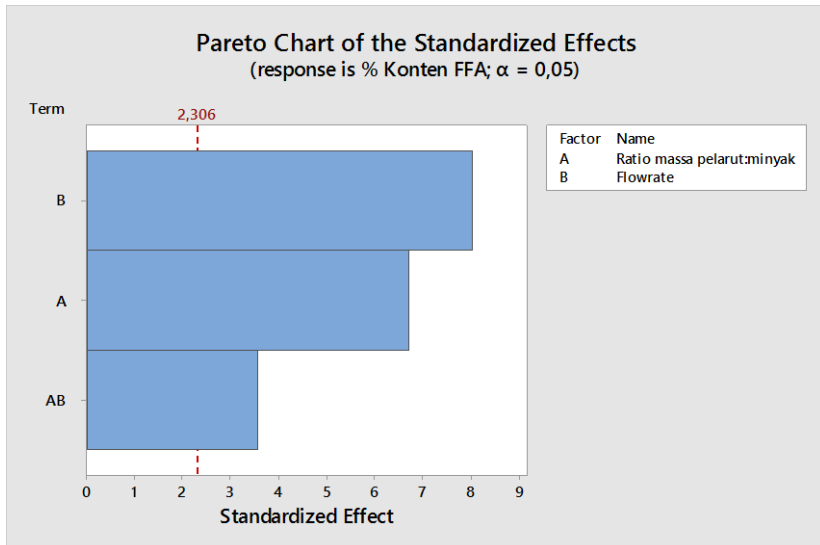
Tabel IV.23. ANOVA pengaruh variabel terhadap % yield minyak

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Ratio massa pelarut:minyak	3	1391,5	463,8	3,26	0,081
Flowrate	1	451,3	451,3	3,17	0,113
Ratio massa pelarut:minyak*Flowrate	3	733,1	244,4	1,72	0,240
Error	8	1137,9	142,2		
Total	15	3713,8			
S=	11,93	R-Sq=	69,36%	R-Sq (adj)=	42,55%

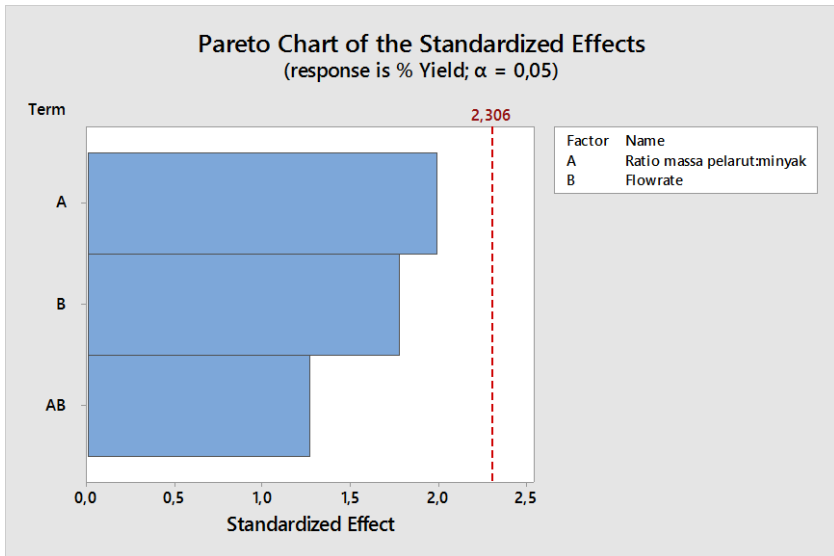
DF= degrees of freedom, SS= Sum of squares, MS= mean square



(a)



(b)

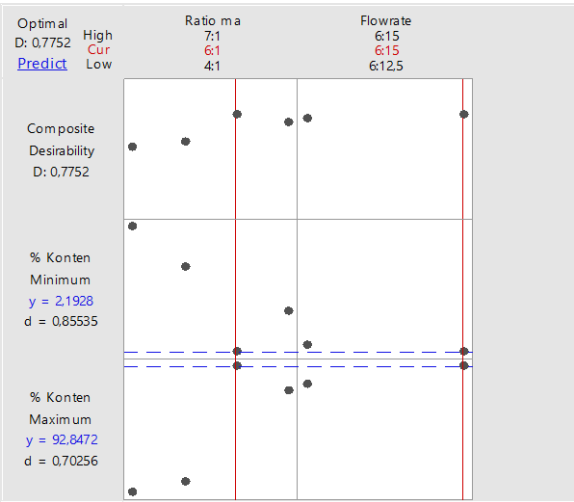


(c)

Gambar IV.27. Grafik Pareto of standaridzed effects pada (a) %konten TAG dan (b) %konten FFA (c) %yield

Dari penelitian yang dilakukan dihasilkan berbagai respon, yaitu data %konten TAG, %konten FFA dan % yield yang di pengaruhi oleh variabel ratio massa pelarut:minyak dan laju alir. Menurut standar edible oil yang ber pengaruh adalah %kadar TAG dan %kadar FFA. Dari kedua respon tersebut maka dicari variabel yang dapat digunakan untuk optimasi hasil yang didapatkan dengan menggunakan minitab. Hasil yang optimal digunakan untuk memaksimalkan %konten TAG serta meminimumkan %FFA. Optimization plot pada gambar IV.28. menunjukkan pengaruh dari setiap faktor (kolom) pada respon dan respon yang diinginkan pada kolom kiri berwarna biru. Didapatkan bahwa variabel yang dapat digunakan untuk menghasilkan produk yang

optimum adalah ratio massa pelarut:minyak= 6:1 dan laju alir (n-hexana dan minyak):metanol 6:15 LPH.



Gambar IV.28. Optimization Plot

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

V.1. Kesimpulan

Dari hasil penelitian dan analisa yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa :

1. Pengaruh laju alir feed terhadap kandungan TAG dan FFA pada NPLF minyak nyamplung menunjukkan semakin rendah laju alir (*n-hexane + oil*) dan *methanol* yang disesuaikan dengan nilai kelarutan *n-hexane* dalam *methanol*, maka semakin tinggi kandungan TAG dan semakin rendah kandungan FFA pada NPLF minyak nyamplung.
2. Pengaruh rasio total pelarut dan minyak nyamplung pada feed terhadap kandungan TAG dan FFA menunjukkan bahwa peningkatan rasio hingga tercapainya ekuilibrium akan didapatkan kandungan TAG yang semakin tinggi dan FFA yang semakin rendah pada NPLF minyak nyamplung.
3. Hasil paling optimal didapatkan pada kombinasi variabel laju alir (*n-hexane+oil*) : *methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 6:1, dengan perolehan persentase kandungan TAG dan FFA sebesar 92,85% dan 2,19%. Dikarenakan spesifikasi rotameter yang kurang mampu mengondisikan laju alir rendah dan perbandingan diameter *packing* terhadap diameter kolom yang tidak sesuai dengan standar minimum, maka hasil penelitian ini belum memenuhi standar *edible oil* dengan kandungan TAG $\geq 98\%$ dan FFA $\leq 0,3\%$.
4. Persentase kandungan TAG pada NPLF minyak nyamplung di tiap-tiap titik sampel pada alat *continuous countercurrent extraction*, pada hasil paling optimal yang diperoleh kombinasi variabel laju alir (*n-hexane+oil*) : *methanol* = 6:15 liter/jam dan rasio massa total pelarut : minyak = 6:1, menunjukkan semakin tinggi titik sampel

didapatkan persentase kandungan TAG yang semakin tinggi dan diperoleh persamaan linier $y = 0,6792x - 21,58003$.

V.II. Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya adalah sebagai berikut:

1. Mencari spesifikasi rotameter yang tahan terhadap pelarut *n-hexane* dan *methanol*, serta memiliki kapasitas skala yang mampu membaca laju alir rendah.
2. Penempatan dan penggunaan diameter *packing* dengan perbandingan yang sesuai terhadap diameter kolom minimal 1 : 10.
3. Secara konseptual, apabila dari metode *continuous countercurrent extraction* ini tak kunjung diperoleh hasil yang diinginkan, maka disarankan untuk melakukan penelitian lanjutan dengan menambahkan proses esterifikasi dan deodorisasi pada produk hasil ekstraksi.

Daftar Pustaka

- Adnan M. *Teknik Kromatografi untuk Analisis Makanan*. Yogyakarta (ID): ANDI. 1997.
- Ajayi I.A.; Oderinde R.A.; Taiwo V.O.; Agbidana E.O. 2008. Short-term toxocological evaluation of *Terminalia catappa*, *Pentaclethra macrophylla* and *Calophyllum inophyllum* seed oil in rats. *Food Chem.* 106, 458-465.
- Ammarullah, A. K., Syifalia, L., Gunawan, S dan Wirawasista, H. 2017. Pemurnian Senyawa Triglicerida Dari Minyak Nyamplung (*Calophyllum inophyllum*) Dengan Proses *Continuous Countercurrent Extraction*. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Anggraini, D., Della Istianingsih, dan Setiyo Gunawan. 2014. *Pengaruh Prosentase Solvent Non Polar dalam Campuran Pelarut terhadap Pemisahan Senyawa Non Polar dari Minyak Nyamplung (Calophyllum inophyllum)*. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- AOCS. 2011. Triacylglycerol Regioisomers Analysis. <http://lipidlibrary.aocs.org/Analysis/content.cfm?ItemNumber=41146>. Diakses pada 24 Januari 2018 pukul 08.50 WIB
- Aparamarta, H. W., Anggraini, D., Istianingsih, D., Susanto, D. F., Widjaja, A., Ju, Y., dan Gunawan, S. 2017. *Fatty Acid Fragmentation of Triacylglycerol Isolated From Crude Nyamplung Oil*. AIP Conf. Proc. 1840, 060004-1–060004-8.
- Aparamarta, H. W., Teguh, S., Claratika, A., Ju, Y. Dan Gunawan, S. 2016. *Separation and Purification of Triacylglycerols from Nyamplung (Calophyllum inophyllum) Oil by Batchwise Solvent Extraction*. Industrial & Engineering Chemical Research, 3112-3119.
- Aluyor EO, Aluyor P, Ozigagu CE. Effect of refining on the quality and composition of groundnut oil. *Afr J of Food Sci.* 2009;3(8):201–205.

- Atabani A.E.; Silitonga A.S.; Ong H.C.; Mahlia T.M.I.; Masjuki H.H.; Badruddin I. A.; Fayaz H. 2013. Non-edible vegetable oils: A critical evaluation of oil extraction, fatty acid compositions, biodiesel production, characteristics, engine performance and emissions production. *Renew. Sust. Energ. Rev.* 18, 211-245.
- Balitbang Kehutanan. 2008. Nyamplung *Calophyllum inophyllum* L. Sumber energi Biofuel yang potensial Pusat Litbang Hutan Tanaman. Badan Litbang Kehutanan. Departemen Kehutanan. Bogor hlm. 33-38.
- Crane S.; Aurore G.; Joseph H.; Mouloungui Z.; Bourgeois P. 2005. Composition of fatty acids triacylglycerols and unsaponifiable matter in *Calophyllum calaba* L. oil from Guadeloupe. *Phytochem.* 66, 1825-1831.
- Day, R. A. Jr. dan Underwood, A. L. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Dweck, A.C. dan Meadows, T. 2002. *Tamanu*. International Journal of Cosmetic Science 2002, 24: 1-8
- Elizabeth V.D.; Arumugam S. 2014. GC-MS analysis of ethanol extract of *Cyperus rotundus* leaves. *IJCB*. 2, 19-23.
- FAO. 2007. *The world's mangroves 1980-2005*. Rome: Food and Agriculture Organization of the United Nations.
- Fessenden, J. R. 1986. *Kimia Organik Edisi Ketiga Jilid 1*. Jakarta: Erlangga.
- Friday, J.B. dan Okano, D. 2006. *Calophyllum inophyllum* (Kamani), *College of Tropical Agriculture and Human Resources*. Hawai'i: University of Hawai'i.
- Fureby, A. M., Tian, L., Adlercreutz, P., Mattiasson, B., Preparation of diglycerides by lipase-catalyzed alcoholysis of triglycerides. *Enzyme Microb. Tech* 1997, 20, 198–206.
- Geankoplis, C. J, 2003, *Transport Process and Unit Operations*, 4th edition, New Jersey: Pearson Education Inc.

- Ghozali, I. 2011. *Aplikasi Analisis Multivariate Dengan Program SPSS*. Semarang, Badan Penerbit Universitas Diponegoro.
- Gianisa. 2015. Laporan Trigliserida dan Kolesterol. http://repository.maranatha.edu/2348/3/0710186_Chapter1.pdf. Diakses pada 24 Januari 2018 pukul 08.04 WIB.
- Gunawan, S.; Fabian, C.; Ju, Y. H. Isolation and purification of fatty acid steryl esters from soybean oil deodorizer distillate. *Ind. Eng. Chem. Res.* 2008, 47, 7013.
- Gunawan, S., Jeng, B. R., Ju, Y. H., 2013, *Regeneration of Silica Gel for Separation of Squalene and Steryl Esters from Soybean Oil Deodorizer Distillate*, International Review of Chemical Engineering Vol.5,N.2.
- Gunawan, S., Kasim, N.S., Ju, Y.-H., 2008. Separation and purification of squalene from soybean oil deodorizer distillate. *Sep. Purif. Technol.* 60, 128–135.
- Gunawan, S., Vali, S.R. & Ju, Y. (2006). Purification and identification of rice bran oil fatty acid steryl and wax esters. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 83, 449–456
- Hadi, Djati Witjaksono. 2017. Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan : Miliki 23% Ekosistem Mangrove, Indonesia Tuan Rumah Konferensi Internasional Mangrove 2017. http://ppid.menlhk.go.id/siaran_pers/browse/561 (diakses tanggal 25 Januari 2018)
- Hasibuan, Muis, A. dan Sayekti, A. L. 2017. Model Simulasi Pemanfaatan Empat Komoditas Perkebunan sebagai Sumber Bahan Baku Biodiesel untuk Pemenuhan Target Konsumsi Biodiesel Nasional : Sirkuler Inovasi Tanaman Industri dan Penyegar Vol. 1. Bogor : Pusat Penelitian dan Pengembangan Perkebunan.
- Haugh A; Høstmark A.T.; Harstad O. M. 2007. Bovine milk in human nutrition - a review. *Lipids Health Dis.* 6, 25.

- Heyne, K. 1987. *Tumbuhan Berguna Indonesia Jilid 3*. Jakarta: Departemen Kehutanan
- Hariningtyas, R. A. dan Aisyah, M. N. 2015. Pengaruh Asimetri Informasi Terhadap Senjangan Anggaran Pada Penganggaran Partisipatif Dengan Orientasi Etika Sebagai Variabel Moderating: *Jurnal Nominal Vol. IV. No. 2*. Yogyakarta : Universitas Negeri Yogyakarta.
- Hathurusingha, S., Nanjappa Ashwath, David Midmore. 2011. Periodic variation in kernel oil content and fatty acid profiles of *Calophyllum innophyllum* L.: A potential biodiesel feedstock in Australia. *Biomass and Bioenergy* 35 (2011) 3448 – 3452.
- Hirota, Y., Nagao, T., Watanabe, Y., Suenaga, M., Nakai, S., Kitano, M., et al. (2003). Purification of steryl esters from soybean oil deodorizer distillate. *Journal of the American Oil Chemists Society*, 80, 341–346
- Hussain, A. A., Liang, T-B. and Slater, M. J., *Characteristic Velocity of Drops in a LiquidLiquid Extraction Pulsed Sieve Plate Column*, Chem. Eng. Res. Des. 66, 541-554 (1988).
- Institute of Physics Academia Sinica. 2007. Separation of Chromatography Methods. http://www.phys.sinica.edu.tw/TIGP-NANO/Course/2007_Spring/Class%20Notes/AC_chapter%203%20Chromatography%200411.pdf. Diakses pada 9 Juli 2018. Pukul 00.22. WIB
- Lee, S., Speight, S. G., and Loyalka, S. K. 2015. *Handbook of Alternative Fuel Technologies*. London: CRC Press
- Leksono, B., Windyarini, E. dan Hasnah, T. M. 2014. *Budidaya Tanaman Nyamplung (Calophyllum Inophyllum L.) Untuk Bioenergi Dan Prospek Pemanfaatan Lainnya*. Jakarta: IPB Press.
- Ling, K. H., Kian, C. T., dan Hoon, T. C. 2009. *A Guide to Medicinal Plant*. Singapore World Scientific.

- Montgomery, D.C., 2005. *Design and Analysis of Experiments 6th Edition*. New York : John Wiley and Sons, Page 96.
- Nasir, Subriyer, Fitriani, dan Hilma Kamila. 2009. Ekstraksi Dedak Padi Menjadi Minyak Mentah Dedak Padi (*Crude Rice Bran Oil*) dengan Pelarut n-Hexane dan Ethanol. *Jurnal Teknik Kimia*, No.2, Vol. 16.
- Pusat Penelitian dan Pengembangan Hasil Hutan. 2008. Pembuatan biodiesel dari biji nyamplung (*Calophyllum inophyllum L.*)
- Rauber, J. 2004. *Design Practice for Packed Liquid-Liquid Extraction Columns*. Süßsa: Winterthur. [Publicació de Sulzer Chemtech Ltd.]
- RuizGutiérrez V.; Morgado N.; Prada J.L.; PérezJiménez F.; Muriana F.J.G. 1998. Composition of Human VLDL Triacylglycerols after Ingestion of Olive Oil and High Oleic Sunflower Oil. *J. Nutr.* 128, 570-576.
- Sadek, P. 2002. *The HPLC Solvent Guide*. United States of America: Wiley of Interscience
- Sahoo P.K.; Das L.M.; Babu M.K. G.; Naik S.N. 2007. Biodiesel development from high acid value *polanga* seed oil and performance evaluation in a CI engine. *Fuel*. 86, 448-54
- Seader, J. D. dan Henley, E. J., 2006. *Separation Process Principle*. New York: John Wiley & Sons, Inc. Hal: 12.
- Sinha, R.P. dan Arora, K.C. 2008. Screening out Factors of Bloom Manufacturing Using Placket–Burman Design. *AKGEC. Journal of Technology* Vol. 1. No. 1.: 11-16.
- SNI. 2002. Standar Minyak Goreng Indonesia. SNI 01-3741
- Soerawidjaja, T.H., T. Adrisman, U.W. Siagian, T. Prakoso, I.K. Reksowardojo, K.S. Permana. 2005. Studi kebijakan penggunaan biodiesel di Indonesia, di dalam: P Hariyadi, N. Andarwulan, L. Nuraida, Y. Sukmawati. editor. *Kajian Kebijakan dan Kumpulan artikel penelitian biodiesel*. Bogor : Kementrian Ristek dan Teknologi RI – MAKSI IPB.

- Sreekumar G, Krishnan S (2010) Enhanced biomass production study on probiotic *Bacillus subtilis* SK09 by medium optimization using response surface methodology. *Afr J Biotechnol* 9:8078–8084
- Thalib, S. 2011. *Pendugaan Komposisi Kimia Biji Nyamplung (Calophyllum Inophyllum L.) Secara Non-Destruktif Dengan Metode Near Infrared (Nir)*. Bogor: Institut Pertanian Bogor
- Treybal, R. E., 1951. *Liquid Extraction, 1st edition*. New York: McGraw-Hill Book Company.
- Venkanna, B.K. dan Reddy, C. V. 2009. *Biodiesel Production and Optimization from Calpphyllum inophyllum Linn Oil (Honne Oil)- A Three Stage Method*. Balgakot: Department of Mechanical Engineering, Basaveshwar Engineering College.
- Wang X, Jina Q, Wang T, Huang J, Wang X, An improved method for the synthesis of 1-monoolein, *J. Mol. Catal. B:Enzym.*, 97, 2013, 130-136.
- Wijaya, Rudy dan Kurniajati, S. 2009. *Makalah Penelitian Pengambilan Minyak Biji Nyamplung Secara Mekanis dan Kimia dengan Menggunakan Alat Pressing dan Labu Ekstraksi Serta Tangki Ekstraktor Berpengaduk*. Semarang: Universitas Diponegoro.
- Yunitasari, E. P. 2008. *Pengaruh Jenis Solvent dan Variasi Tray pada Pengambilan Minyak Nyamplung dengan Metode Ekstraksi Kolom*. Semarang: Universitas Diponegoro
- Zhang, S. Q., Bi, H. M. and Liu, C. J. 2007. Extraction of bio-active components from *Rhodiola sachalinensis* under ultrahigh hydrostatic pressure. *Separation and Purification Technology* 57: 277-282.
- Zhong N, Li L, Xu X, Cheong L, Li B, Hu S, Zhao X, An Efficient Binary Solvent Mixture for Monoacylglycerol Synthesis by Enzymatic Glycerolysis, *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 86, 2009, 783–789.

DAFTAR NOTASI

Notasi	Keterangan
DAG	Digliserida
dpl	diatas permukaan laut
FFA	<i>free fatty acid</i>
GC	<i>gas chromatography</i>
LPH	Liter per hour
MAG	Monogliserida
mdpl	Meter diatas permukaan laut
nm	Nanometer
NPLF	<i>Non Polar Lipid Fraction</i>
PLF	<i>Polar Lipid Fraction</i>
Rt	<i>Retention Time</i>
TAG	Trigliserida
TLC	<i>thin layer chromatography</i>
UV	<i>Ultraviolet</i>

Halaman ini sengaja dikosongkan

APPENDIKS

1. Penentuan laju alir (N-hexane+minyak) : Methanol

Rasio massa solvent:oil	=	4:1	
Rasio massa N-hexane:methanol	=	3:1	
Untuk 10 stage berarti 10 kali penambahan methanol			
Rasio massa N-hexane:methanol	=	3:(1x10)	
	=	3:10	
Basis Minyak	=	100	kg
Pelarut	=	400	kg
Untuk single stage,			
	N-hexane	=	300 kg
	Methanol	=	100 kg
Jadi untuk 10 stage, minyak	=	100	kg
	N-hexane	=	300 kg
	Methanol	=	1000 kg
Minyak : N-hexane	=	100 : 300	(kg)
	=	1 : 3	(kg)
Minyak + N-hexane	=	400	kg
Laju alir (Minyak+N-hexane): Methanol	=	400 : 1000	(kg)
	=	1 : 2,5	(kg)

2. Hasil Analisa GC pada NPLF Variabel Rasio total massa pelarut: minyak= 6:1 dan Laju alir (Minyak+N-Heksana):Methanol= 6:15 LPH.

Peak#	Area	Ret.Time	Conc.	Area%	Height
1	1025,5	4,595	0,01686	0,0169	530,7
2	1740,6	6,929	0,02861	0,0286	268,5
3	12226,2	7,741	0,20099	0,201	3439,9
4	4097,8	7,938	0,06737	0,0674	1225,9
5	3528,9	8,583	0,05801	0,058	942,9
6	47500,9	8,817	0,78089	0,7809	13392,7
7	25385,8	8,979	0,41733	0,4173	4851,2
8	10050,6	9,144	0,16523	0,1652	1672,5
9	3139	9,306	0,0516	0,0516	593,4
10	5798,1	9,458	0,09532	0,0953	769,1
11	1780,5	9,617	0,02927	0,0293	445
12	4491,5	9,712	0,07384	0,0738	932,1
13	1278,7	9,972	0,02102	0,021	229,1
14	1094,7	10,283	0,018	0,018	210,7
15	2369	10,419	0,03895	0,0389	573,1
16	8391,5	10,662	0,13795	0,138	2348,3
17	3016,2	10,804	0,04958	0,0496	895,9
18	12272,7	11,034	0,20176	0,2018	5692,2
19	784,2	11,249	0,01289	0,0129	162,5
20	7850,4	11,81	0,12906	0,1291	949,9
21	4027,4	11,946	0,06621	0,0662	636,2
22	1419,9	12,059	0,02334	0,0233	261,3
23	12352,5	17,248	0,20307	0,2031	1311,2
24	36433,2	17,419	0,59894	0,5989	7221,9
25	4233,4	17,558	0,0696	0,0696	880
26	57755,3	17,89	0,94946	0,9495	5567,7
27	115549	18,023	1,89956	1,8996	12275,7
28	12863,1	21,03	0,21146	0,2115	2219,1

29	828,4	21,179	0,01362	0,0136	318
30	2051,9	21,229	0,03373	0,0337	395,1
31	3770,3	21,351	0,06198	0,062	565
32	1853,7	21,446	0,03047	0,0305	627,6
33	1971,7	21,48	0,03241	0,0324	681
34	2461,4	21,532	0,04046	0,0405	647,3
35	4587,5	21,652	0,07542	0,0754	756,2
36	2938,8	21,701	0,04831	0,0483	805
37	418504,4	22,026	6,87997	6,88	65523,7
38	5342	22,252	0,08782	0,0878	1097,2
39	6018,1	22,358	0,09893	0,0989	1152,1
40	4140,1	22,429	0,06806	0,0681	1375,4
41	30752,2	22,581	0,50555	0,5055	2485,7
42	3664,5	22,736	0,06024	0,0602	1446,1
43	6002,5	22,8	0,09868	0,0987	1563,9
44	4192,3	22,857	0,06892	0,0689	1694,1
45	3852,6	22,896	0,06334	0,0633	1740,4
46	7633	22,961	0,12548	0,1255	1864,5
47	2089419	23,377	34,34884	34,3488	161302
48	52201,6	23,949	0,85816	0,8582	2601
49	7178,2	24,262	0,118	0,118	1017,3
50	7185	24,407	0,11812	0,1181	1222,8
51	2204511	25,016	36,24088	36,2409	140878,8
52	761753,3	25,072	12,52278	12,5228	134532,1
53	3812	25,487	0,06267	0,0627	340,9
54	31599,8	26,84	0,51948	0,5195	3497,3
55	12257,2	26,893	0,2015	0,2015	3079,7

Halaman ini sengaja dikosongkan

RIWAYAT HIDUP PENULIS



Penulis bernama Shelma Hajar Anugrah Putri, dilahirkan di Kediri pada tanggal 22 November 1995. Penulis telah menempuh pendidikan: SD Negeri Campurejo II Kediri, SMP Negeri 4 Kediri, dan SMA Negeri 2 Kediri. Setelah lulus SMA, penulis melanjutkan Pendidikan ke jenjang Strata 1 (S1) Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS. Pada masa akhir studi, penulis mengerjakan Tugas Pra Desain Pabrik Dekstrosa Monohidrat dari Biji Jagung dengan Proses Hidrolisis Enzim. Penulis melakukan Tugas Akhir di Laboratorium Teknologi Biokimia di bawah bimbingan Bapak Setiyo Gunawan, S.T., Ph.D. Dengan penulisan skripsi ini, penulis berharap agar buku skripsi ini bermanfaat bagi kemajuan pengetahuan dan teknologi di bidang teknik kimia, khususnya di bidang pangan. Untuk menghubungi penulis dapat melalui email berikut: shelmahajar@gmail.com atau telepon: +6285784204103.



Arief Prayogo, salah satu penulis buku skripsi ini lahir di Wonogiri, 16 Maret 1997. Penulis mengenyam jenjang pendidikan sarjana (S1) di Teknik Kimia FTI-ITS. Tugas Pra Desain Pabrik Dekstrosa Monohidrat dari Biji Jagung dengan Proses Hidrolisis Enzim, menjadi salah satu dari tugas akhir studi penulis. Penulis menjadi mahasiswa peneliti di Laboratorium Teknologi Biokimia, bimbingan Bapak Setiyo Gunawan, S.T., Ph.D. Penulis berharap agar penulisan buku skripsi ini bermanfaat bagi kemajuan pengetahuan dan teknologi di bidang teknik kimia, khususnya di bidang pangan. Penulis dapat dihubungi melalui email : ariefpryg@gmail.com dan nomor telepon : +6282157180363.

Halaman ini sengaja dikosongkan